



# UNIVERSITÉ FRANÇOIS RABELAIS DE TOURS



École Doctorale Santé, Sciences et Technologies

ÉQUIPE de RECHERCHE : UMR INSERM U930 - CNRS FRE2448 (équipe 5)

**THÈSE** présenté par :

**Guillaume RENAUD**

soutenue le : 1<sup>er</sup> Octobre 2008

pour obtenir le grade de : Docteur de l'université François - Rabelais

Discipline / Spécialité : Sciences de la Vie & de la Santé / Acoustique

**Mesure de non-linéarités élastiques et dissipatives par interaction  
d'ondes acoustiques : Application à la quantification  
du micro-endommagement de l'os trabéculaire**

THÈSE DIRIGÉE PAR :

REMENIÉRAS Jean-Pierre

Ingénieur de Recherche-Docteur, Université de Tours

RAPPORTEURS :

JOHNSON Paul

Professeur, Los Alamos National Laboratory (Etats-Unis)

BOU MATAR-LACAZE Olivier

Professeur, Ecole Centrale de Lille

JURY :

BOU MATAR-LACAZE Olivier

Professeur, Ecole Centrale de Lille

CALLÉ Samuel

Maître de Conférences, Université de Tours (Co-encadrant)

CHAPURLAT Roland

Professeur des Universités-Praticien Hospitalier (Lyon)

DEFONTAINE Marielle

Ingénieur Hospitalier-Docteur, CHRU de Tours (Co-encadrante)

JOHNSON Paul

Professeur, Los Alamos National Laboratory (Etats-Unis)

LAUGIER Pascal

Directeur de Recherche, CNRS (Paris) Président du jury

REMENIÉRAS Jean-Pierre

Ingénieur de Recherche-Docteur, Université de Tours

VAN DEN ABEELE Koen

Professeur, Université de Courtrai (Belgique)



Comme le manuscrit est relativement long, les remerciements se doivent d'être courts.

Merci à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à ce travail, et vous êtes nombreux (comme ça je n'oublie personne!).

Merci à David Mitton (Laboratoire de BioMécanique de Paris) et Vincent Tournat (Laboratoire d'Acoustique du Maine) pour votre intérêt porté au travail et pour votre participation à la soutenance en tant que membres invités.

Un grand et chaleureux merci à Marielle et Samuel qui, plus que des encadrants, sont devenus des amis-collègues.

Mais surtout, merci à ma chérie Amélie, mon petit ange qui m'a supporté avec amour. Ton oeil avisé a même relu et corrigé le premier chapitre et les diapos de la soutenance!





# Résumé

Des micro-fissures sont générées dans le tissu osseux et résorbées par le remodelage osseux. Une densité de fissures importante pourrait détériorer la résistance mécanique osseuse (RMO). Cependant les causes et les conséquences sur la RMO d'une accumulation du micro-endommagement osseux sont mal connues. De plus, aucune méthode non invasive de quantification du niveau d'endommagement osseux existe aujourd'hui.

Dans ce contexte, une méthode de mesure acoustique, localisée et sans contact, basée sur l'interaction non linéaire (NL) entre une onde acoustique basse-fréquence (BF) et des impulsions ultrasonores (US) a été développée. Les impulsions US sont émises à une cadence de tir environ 10 fois supérieure à la fréquence de l'onde BF. Le milieu est alors sondé à différents états de contrainte tri-axiale, en compression et traction. Les variations du temps de vol et de l'amplitude (ou de l'énergie) US rendent compte des effets NL acoustiques respectivement élastiques et dissipatifs. Les effets NL acoustiques élastiques et dissipatifs augmentent généralement avec le niveau d'endommagement.

Après une validation dans l'eau et des solides non endommagés, des mesures dans des matériaux fissurés et granulaires ont montré la sensibilité de la technique à la présence de fissures et de contacts entre grains. Enfin son application à l'os trabéculaire du calcaneum a montré que la zone de faible porosité pouvait produire de fortes non-linéarités acoustiques. Pour des échantillons endommagés *in vitro* par fatigue en compression et par compression quasi-statique, l'amplitude des non-linéarités acoustiques a montré une bonne corrélation avec l'observation histologique du niveau d'endommagement.

**Mots clés :** Acoustique non linéaire, interaction d'ondes acoustiques, acoustoélasticité, évaluation non destructive, contrôle non destructif, biomécanique osseuse, résistance osseuse, endommagement



# Abstract

Micro-cracks are normally generated in bone tissue and resorpted by permanent bone remodeling. A high crack density could affect bone strength. But the causes and consequences on bone strength of a microdamage accumulation are badly understood. Moreover no technique is available for noninvasive assessment of the level of bone damage *in vivo*. In that context, an acoustical method was developed for localized and non-contact measurement of elastic and dissipative nonlinearities, based on the interaction between a low-frequency acoustic pump wave and ultrasound probing pulses. The ultrasound pulses are emitted with a repetition frequency 10 times higher than the low frequency of the pump wave. The medium is thus probed in different states of triaxial stress, successively in tension and in compression. The ultrasound time of flight and amplitude (or energy) modulations give access to nonlinear elasticity and dissipation, respectively. The amplitude of acoustic nonlinearities generally increases with the level of damage in materials.

After validation in water and undamaged solids, measurements were conducted in cracked and granular media and showed a good sensitivity of the method to the presence of cracks and contacts between grains. Finally its application to calcaneus trabecular bone showed that the low-porosity region can exhibit high acoustic nonlinearities. Furthermore, for mechanically damaged samples, either in compressive fatigue or in quasi-static compression, the amplitude of acoustic nonlinearities were well correlated with the level of damage observed by histology.

**Keywords :** Nonlinear acoustics, acoustic waves interaction, acoustoelasticity, nondestructive evaluation, nondestructive testing, bone biomechanics, bone strength, microdamage



# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>11</b>
<b>1 Résistance osseuse et micro-endommagement, place des méthodes acoustiques dans le diagnostique non-invasif</b>	<b>15</b>
1.1 Physiologie et biomécanique osseuse . . . . .	16
1.1.1 Anatomie et remodelage du milieu osseux . . . . .	16
1.1.1.1 Anatomie osseuse . . . . .	16
1.1.1.2 Le remodelage osseux . . . . .	17
1.1.2 Déterminants de la résistance osseuse . . . . .	23
1.1.2.1 Définition de la résistance osseuse . . . . .	23
1.1.2.2 Propriétés mécaniques apparentes . . . . .	25
1.1.2.3 Architecture . . . . .	28
1.1.2.4 Élasticité du tissu osseux . . . . .	38
1.1.2.5 Plasticité . . . . .	45
1.1.2.6 Ténacité . . . . .	46
1.1.2.7 Résistance à la fatigue . . . . .	51
1.1.2.8 Viscoélasticité . . . . .	53
1.1.2.9 Mécanismes de rupture . . . . .	56
1.1.3 Altérations des propriétés mécaniques osseuses . . . . .	58
1.1.3.1 Vieillissement normal . . . . .	58
1.1.3.2 Dégradation pathologique de la biomécanique osseuse . . . . .	61
1.1.3.3 Traumatismes osseux . . . . .	64
1.2 Le Micro-Endommagement Osseux (MEO) : morphologie, localisation, détection et impacts sur la biomécanique osseuse . . . . .	64
1.2.1 Caractérisation du micro-endommagement osseux (MEO) . . . . .	64
1.2.1.1 Morphologie du MEO . . . . .	64
1.2.1.2 Localisation et hiérarchisation du MEO . . . . .	73
1.2.1.3 Techniques de détection pour la quantification du MEO . . . . .	76
1.2.1.4 Histomorphométrie 2D du MEO . . . . .	81

1.2.1.5	Évolution du micro-endommagement <i>in vivo</i> en fonction de l'âge . . .	84
1.2.1.6	Morphologies de l'endommagement et types de sollicitation mécanique	87
1.2.2	Relation entre micro-endommagement et propriétés mécaniques osseuses . . .	91
1.2.2.1	Élasticité et contrainte maximale . . . . .	92
1.2.2.2	Ténacité . . . . .	93
1.2.2.3	Rôle des conditions d'expérience, influence de la vitesse de déformation	93
1.2.2.4	Rôle différent du MEO dans la rupture des os trabéculaire et cortical	94
1.3	Caractérisation non-invasive de la résistance osseuse . . . . .	94
1.3.1	Ostéodensitométrie par rayons X, diagnostic de référence actuel . . . . .	94
1.3.2	Imagerie tridimensionnelle haute résolution pour la mesure de paramètres architecturaux . . . . .	94
1.3.3	Méthodes ultrasonores . . . . .	96
1.3.3.1	Mesures ultrasonores et DEXA . . . . .	96
1.3.3.2	Mesure de paramètres architecturaux dans l'os cortical et trabéculaire	97
1.3.3.3	Mesure de rigidité d'un os entier par résonance acoustique . . . . .	98
1.3.3.4	Mesure des constantes élastiques dans l'os cortical . . . . .	98
1.3.3.5	Prédiction du module d'Young et de la contrainte maximale apparents dans l'os trabéculaire . . . . .	98
1.3.3.6	Diagnostiquer la résistance osseuse moyenne du squelette par la mesure sur un site périphérique . . . . .	99
1.3.4	Besoin d'une méthode non-invasive pour étudier la relation entre niveau d'endommagement et résistance osseuse . . . . .	100
	Bibliographie . . . . .	101

## 2 Observations expérimentales de non-linéarités élastiques et dissipatives induites par la présence d'inhomogénéités mésoscopiques « souples » 121

2.1	Manifestations des inhomogénéités mésoscopiques « souples » en non-linéarités élastiques et dissipatives . . . . .	123
2.1.1	Tests mécaniques quasi-statiques . . . . .	123
2.1.2	Tests en résonance acoustique . . . . .	125
2.1.2.1	Décalage de la fréquence de résonance et variation du facteur de qualité	125
2.1.2.2	Phénomène de dynamique lente . . . . .	127
2.1.2.3	Sensibilité au niveau d'endommagement . . . . .	127
2.1.2.4	Influence du fluide saturant . . . . .	129
2.1.2.5	Signification du paramètre non-linéaire $\alpha$ . . . . .	129
2.1.3	Méthodes par propagation d'ondes acoustiques . . . . .	130
2.1.3.1	Mesures acousto-élastiques . . . . .	131
2.1.3.2	Distorsion d'une onde monochromatique et génération d'harmoniques	141

2.1.3.3	Interaction d'ondes acoustiques . . . . .	144
2.1.3.4	Cas des matériaux à forte porosité connectée . . . . .	145
2.2	État de l'art des études portant sur la mesure des non-linéarités élastiques et dissipatives dans le tissu osseux . . . . .	146
2.2.1	Essai mécanique quasi-statique . . . . .	146
2.2.2	Méthode par résonance NRUS . . . . .	147
2.2.3	Génération d'harmoniques . . . . .	147
2.2.4	Interactions non-linéaires entre deux ondes acoustiques . . . . .	148
2.2.5	Conclusion . . . . .	149
	Bibliographie . . . . .	150
<b>3</b>	<b>Mesure localisée, sans contact, de non-linéarités acoustiques par couplage d'une onde basse-fréquence et d'impulsions ultrasonores</b>	<b>159</b>
3.1	Présentation de la méthode acousto-élastique dynamique basse-fréquence . . . . .	161
3.1.1	Dispositif expérimental . . . . .	161
3.1.2	Caractérisations des champs de pression basse-fréquence et ultrasonore . . . . .	165
3.1.2.1	Champ de pression de l'onde pompe basse-fréquence . . . . .	165
3.1.2.2	Champ de pression de l'onde sonde ultrasonore . . . . .	167
3.2	Phénomènes physiques mis en jeu . . . . .	168
3.2.1	Effet acousto-élastique . . . . .	168
3.2.2	Effet dissipatif acoustique non linéaire . . . . .	169
3.2.3	Influence de la viscosité sur la mesure des effets non linéaires élastiques . . . . .	169
3.2.3.1	Visco-élasticité linéaire . . . . .	170
3.2.3.2	Visco-élasticité non linéaire . . . . .	171
3.2.4	Interactions mutuelles complexes entre onde sonde et onde pompe . . . . .	172
3.3	Extraction des effets non linéaires élastiques et dissipatifs . . . . .	175
3.3.1	Calcul de la modulation du temps de vol des impulsions ultrasonores . . . . .	176
3.3.2	Calcul de la modulation de l'amplitude et de l'énergie des impulsions ultrasonores	177
3.3.3	Correction de l'erreur sur la fréquence de tir des impulsions ultrasonores . . . . .	178
3.3.4	Niveau de bruit de la chaîne de mesure . . . . .	179
3.4	Analyses des effets non linéaires élastiques et dissipatifs . . . . .	179
3.4.1	Mesures par variation dynamique ou quasi-statique de l'amplitude de l'onde basse-fréquence . . . . .	180
3.4.2	Analyse fréquentielle . . . . .	181
3.4.3	Analyse instantanée . . . . .	183
3.4.4	Calcul du paramètre de non-linéarité acoustique élastique quadratique $\beta$ dans un fluide . . . . .	186
3.4.4.1	Principe de la mesure du paramètre $\beta$ . . . . .	186

3.4.4.2	Correction temporelle liée à la non-stationnarité de l'amplitude basse-fréquence pendant la durée de propagation ultrasonore . . . . .	187
3.4.4.3	Correction spatiale due à la forme non-plane du champ de pression basse-fréquence sur le chemin de propagation ultrasonore . . . . .	187
3.4.5	Calcul des paramètres de non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives pour un échantillon en insertion . . . . .	189
3.4.5.1	Calcul du paramètre de non-linéarité acoustique élastique quadratique $\beta$ d'un échantillon en insertion . . . . .	189
3.4.5.2	Calcul des paramètres de non-linéarités acoustiques élastiques cubique et hystérétique quadratique, $\delta$ et $\alpha$ , d'un échantillon en insertion	190
3.4.5.3	Importance de la position du point d'inflexion acousto-élastique pour un matériau granulaire ou fissuré . . . . .	193
3.4.5.4	Calcul du paramètre de non-linéarité acoustique dissipative $\alpha_D$ d'un échantillon en insertion . . . . .	193
3.5	Résultats expérimentaux dans différents matériaux . . . . .	194
3.5.1	Validation dans un fluide non-visqueux : l'eau . . . . .	194
3.5.2	Échantillon solide faiblement non linéaire : le PMMA . . . . .	195
3.5.3	Échantillon à porosité connectée élevée : mousses polyester . . . . .	196
3.5.4	Fluide visqueux : le miel . . . . .	198
3.5.5	Solides visco-élastiques non fissurés et fissurés : la silice, le Pyrex et le silicone	199
3.5.5.1	Silice . . . . .	199
3.5.5.2	Pyrex fissuré et non fissuré . . . . .	201
3.5.5.3	Silicone non fissuré . . . . .	205
3.5.5.4	Silicone fissuré . . . . .	206
3.5.6	Milieu granulaire non consolidé constitué de billes de verre et saturé en eau . .	207
3.5.6.1	Analyse instantanée . . . . .	209
3.5.6.2	Analyse fréquentielle : mesure par variation quasi-statique de l'amplitude de l'onde pompe . . . . .	211
3.5.6.3	Analyse fréquentielle : mesure par variation dynamique de l'amplitude de l'onde pompe . . . . .	212
3.5.6.4	Dynamique lente . . . . .	214
3.5.6.5	Influence du diamètre des billes ou du rapport entre la longueur d'onde ultrasonore et le diamètre des billes . . . . .	215
3.5.6.6	Résultats dans le sable saturé en eau . . . . .	216
3.5.7	Tableau récapitulatif des mesures acoustiques non linéaires . . . . .	216
3.5.8	Conclusions . . . . .	218
	Bibliographie . . . . .	218



<b>4 Résultats expérimentaux dans l'os trabéculaire du calcanéum</b>	<b>223</b>
4.1 Propagation acoustique linéaire dans l'os trabéculaire . . . . .	225
4.1.1 Ondes de compression rapide et lente, onde de cisaillement . . . . .	225
4.1.1.1 Sur l'existence des ondes de compression rapide et lente . . . . .	225
4.1.1.2 Sur l'existence des ondes de cisaillement . . . . .	226
4.1.2 Atténuation et vitesse de propagation . . . . .	226
4.1.2.1 Sur l'atténuation . . . . .	226
4.1.2.2 Sur la vitesse de propagation . . . . .	227
4.1.3 Sur l'influence de la moelle osseuse . . . . .	227
4.1.4 Normes concernant les niveaux de pression acoustique utilisables <i>in vivo</i> . . .	227
4.2 Mesure localisée des non-linéarités acoustiques sur calcanéum entier : étude préliminaire sur un calcanéum dégraissé par cuisson et trichloroéthylène . . . . .	228
4.2.1 Méthodologie . . . . .	228
4.2.2 Analyse instantanée . . . . .	230
4.2.3 Analyses fréquentielle et instantanée avec variation quasi-statique et dynamique de l'amplitude de l'onde pompe . . . . .	233
4.2.4 Identification des sources de non-linéarités acoustiques dans l'os trabéculaire .	237
4.3 Mesure localisée des non-linéarités acoustiques sur calcanéum entier : étude sur huit calcanéums dégraissés au CO <sub>2</sub> supercritique . . . . .	238
4.3.1 Résultats . . . . .	238
4.3.2 Discussion . . . . .	239
4.3.3 Problèmes de reproductibilité . . . . .	242
4.4 Suivi du niveau d'endommagement induit mécaniquement par la mesure des non-linéarités acoustiques . . . . .	242
4.4.1 Objectif et méthodes . . . . .	242
4.4.2 Protocole . . . . .	244
4.4.3 Endommagement par fatigue en compression . . . . .	245
4.4.4 Endommagement par compression quasi-statique . . . . .	249
4.4.5 Perspectives et optimisation de l'étude . . . . .	253
4.4.6 Objectivation du niveau d'endommagement par microscopie - Résultats préliminaires qualitatifs des échantillons fatigués en compression . . . . .	255
4.4.7 Tableau récapitulatif des mesures acoustiques non linéaires . . . . .	257
Bibliographie . . . . .	259
<b>Conclusion</b>	<b>263</b>
<b>Annexes : publications</b>	<b>267</b>



# Introduction

Le diagnostic de la fragilité osseuse reste un sujet d'actualité dans les populations où la longévité s'accroît d'années en années. En effet, la détection précoce d'une pathologie telle que l'ostéoporose offre des bénéfices humains et économiques. Elle permet la diminution des douleurs, de la perte d'autonomie et de la qualité de vie, conséquences directes de la survenue d'une fracture osseuse. En outre, les coûts de santé publique, associés plus à la prise en charge de la perte d'autonomie du malade après une fracture osseuse qu'à l'intervention médicale au moment de la fracture, se verraient aussi diminuer. Sans moyens de détection précoce, ce type de maladie peut évoluer longtemps de manière silencieuse et se concrétiser soudainement par une fracture vertébrale, une fracture du col du fémur ou du poignet, lors d'une chute bénigne. Toutefois, lorsque l'ostéoporose est diagnostiquée et traitée, surtout si elle reste légère ou asymptomatique, des traitements influençant les processus du remodelage osseux fournissent de bons résultats. Même dans les cas graves, au bout de quelques années, ces traitements permettent de stabiliser ou d'améliorer l'état des os au point de réduire jusqu'à 50% le risque de fracture.

Les fractures ostéoporotiques se produisent généralement au niveau de sites osseux constitués de tissu osseux dit trabéculaire ou spongieux de part sa porosité élevée (colonne vertébrale, col du fémur, poignet). Les zones trabéculaires sont donc généralement les premières à céder lorsque l'ensemble du squelette est fragilisé. Aujourd'hui, le risque de fracture osseuse est essentiellement évalué par une mesure de la porosité et de la densité moyenne du tissu osseux par rayons X (méthode DEXA). Néanmoins, à une porosité donnée (mesurée par DEXA), le risque de fracture augmente avec l'âge. Par conséquent des facteurs autres que la porosité et la densité moyenne du tissu osseux interviennent. Si les propriétés mécaniques macroscopiques de l'os trabéculaire sont principalement déterminées par son architecture (porosité, rapport d'aspect des travées, anisotropie du réseau, interconnectivité des travées), les propriétés mécaniques du tissu osseux constituant les travées sont également des déterminants significatifs. En particulier, le micro-endommagement du tissu osseux (micro-fissures et fractures complètes de travées) est susceptible d'affecter les propriétés mécaniques locales du tissu, et par conséquent les propriétés mécaniques macroscopiques des os (élasticité, plasticité, ténacité,...). De fait, plusieurs études ont montré une corrélation significative entre la dégradation des propriétés mécaniques osseuses macroscopiques et la densité de micro-fissures emmurées dans le tissu osseux. Toutefois, il n'est pas établi si l'accumulation du micro-endommagement est une cause ou une

conséquence de la dégradation des propriétés mécaniques osseuses. Quoiqu'il en soit, une mesure du niveau d'endommagement constituerait une évaluation de la qualité du tissu osseux complémentaire au DEXA. En effet, compte tenu du nombre important de déterminants de la résistance osseuse, une mesure performante du risque de fracture osseuse ne sera possible que par une évaluation multi-paramétrique des différents acteurs.

Différentes approches de diagnostic ultrasonore, par définition non-invasives et non ionisantes, ont été développées ces dernières années. Ces techniques basées sur la mesure de vitesse et/ou d'atténuation d'une onde ultrasonore en transmission transverse (tissu osseux trabéculaire : talon, poignet, col du fémur) ou axiale (tissu osseux cortical : tibia, radius, phalanges) conduisent également à une évaluation indirecte de la porosité/densité, mais contiennent aussi des informations liées à l'architecture (anisotropie et dimensions des travées pour l'os trabéculaire) et à l'élasticité du tissu osseux. Ce sont des techniques ultrasonores « linéaires » et certaines d'entre elles permettent d'accéder à une imagerie paramétrique bidimensionnelle transverse de l'os investigué. Ces dispositifs ont largement été validés *in vivo* et fournissent des mesures bien corrélées avec la mesure DEXA. Néanmoins un nombre très réduit d'études a montré que la vitesse de propagation et l'atténuation ultrasonores ne montrent pas de sensibilité significative au niveau d'endommagement pour l'os cortical et l'os trabéculaire. Les effets non-linéaires acoustiques se sont en revanche révélés beaucoup plus sensibles au niveau d'endommagement que ces paramètres acoustiques linéaires dans les métaux, les polymères, les matériaux composites, les roches ou le béton. C'est pourquoi, dans le cadre du diagnostic non-invasif de la résistance osseuse, un dispositif de mesure des non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives a été développé pendant ce travail de thèse, afin de quantifier le niveau d'endommagement dans l'os, et plus particulièrement l'os trabéculaire du talon dit calcaneum.

Le procédé expérimental est basé sur l'interaction entre une onde acoustique basse-fréquence (quelques kHz) et des impulsions ultrasonores (quelques centaines de kHz à quelques MHz) dans un environnement saturé en eau. Comme la longueur d'onde basse-fréquence est environ 10 fois supérieure à la taille de l'échantillon, celui-ci subit une contrainte triaxiale (ou hydrostatique) sinusoïdale, successivement en traction et en compression. Les impulsions ultrasonores sont émises à une cadence de tir environ 10 fois supérieure à la fréquence de l'onde basse-fréquence, de sorte qu'il est possible de sonder le matériau testé pour différentes valeurs de la contrainte hydrostatique, en traction et en compression. Aussi, par cette méthode, il est possible de « lire », pendant les phases de compression et de traction triaxiales, les variations de la vitesse de propagation et de l'atténuation dans le matériau placé dans la zone d'interaction des deux faisceaux acoustiques. Ces variations sont des effets acoustiques non-linéaires. La variation de la vitesse de propagation est mesurée par la variation du temps de vol ultrasonore, et la variation de l'atténuation est mesurée par la variation de l'amplitude ou de l'énergie des impulsions ultrasonores. Le calcul de paramètres non linéaires acoustiques élastiques et dissipatif issus des mesures permet de qualifier et de quantifier ces effets non-linéaires acoustiques. En outre, compte tenu de la résolution latérale du faisceau ultrasonore de l'ordre de 1cm, la configura-

tion expérimentale permet une mesure des effets non-linéaires acoustiques, localisée et sans contact, de sorte que la détection d'une zone présentant des non-linéarités acoustiques maximales est possible.

Dans une première partie, un état de l'art sur les déterminants de la résistance osseuse est présenté dans le but de comprendre le rôle du micro-endommagement dans la vaste problématique du diagnostic de la fragilité osseuse. On constate que, si quelques études *in vitro* très récentes, basées sur le calcul de paramètres architecturaux, parviennent à prédire l'élasticité apparente de l'os trabéculaire avec une précision pouvant atteindre 90%, il reste une partie non-imputable à l'architecture qui pourrait être due à la « qualité locale du tissu osseux », en particulier au niveau d'endommagement. Aujourd'hui, aucune technique de mesure *in vivo* non-invasive du niveau d'endommagement osseux n'existe. Ce qui justifie le développement d'une technique d'acoustique non-linéaire pour permettre ce diagnostic. L'étendue de ce chapitre permet en outre, au lecteur acousticien, de comprendre la complexité du milieu osseux et par conséquent les difficultés rencontrées pour l'adaptation au tissu osseux des techniques d'évaluation non-destructive ultrasonores largement développées pour les applications industrielles. Par ailleurs, un grand nombre d'images provenant d'observations au microscope des différentes formes d'endommagement du tissu osseux sont présentées. Ce large panel d'images permet au lecteur non-avisé de se figurer à quoi ressemble le micro-endommagement osseux.

Un deuxième chapitre est dédié à la présentation des effets non-linéaires élastiques et dissipatifs, observés expérimentalement, induits par la présence de « défauts » ou « inhomogénéités mésoscopiques », identifiables à des fissures, à des dislocations dans certains métaux polycristallins ou à des contacts entre grains dans un matériau granulaire consolidé ou non-consolidé. L'aptitude de certains de ces éléments à se fermer et à s'ouvrir génère des non-linéarités élastiques et dissipatives dites non-classiques ou hystérétiques. La diversité des techniques permettant la mesure de ces phénomènes et la grande sensibilité des effets non-linéaires élastiques et dissipatifs à la présence et au niveau d'endommagement sont présentées. L'effet acousto-acoustique est plus approfondi, en particulier grâce aux nombreuses mesures reportées pour les roches, car la variation de la vitesse de propagation acoustique, sous l'effet d'une contrainte appliquée au matériau testé, est un effet très analogue à celui mesuré par le procédé expérimental développé dans ce travail de thèse. Enfin, un état de l'art sur les mesures des non-linéarités élastiques et dissipatives du tissu osseux est exposé.

Le troisième chapitre est consacré à la présentation de la technique de mesure des non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives mise au point pendant ce travail de thèse. Elle permet une mesure localisée et sans contact par l'interaction entre une onde acoustique basse-fréquence et des impulsions ultrasonores. Les différents phénomènes physiques mis en jeu, tels que l'effet acousto-élastique et la visco-élasticité, sont présentés. Puis l'extraction des modulations du temps de vol (TOFM, pour « Time Of Flight Modulation ») et de l'amplitude (ou de l'énergie) (RAM ou REM, ,

pour « Relative Amplitude Modulation » ou « Relative Energy Modulation ») des impulsions ultrasonores est développée. Ces modulations sont induites par les non-linéarités élastiques et dissipatives du milieu sous l'effet de l'onde acoustique basse-fréquence (BF). L'évolution de la pression acoustique basse-fréquence, des TOFM et RAM (ou REM) en fonction du temps permet de tracer deux diagrammes : la TOFM en fonction de la pression acoustique BF et la RAM (ou REM) en fonction de la pression acoustique BF. Cette analyse, dite instantanée, et une autre analyse dans le domaine fréquentiel permettent de mesurer les paramètres de non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives.

La validation du procédé expérimental dans des matériaux homogènes non-endommagés est d'abord abordée. Puis les mesures dans des matériaux fissurés et granulaires non-consolidés sont présentées pour permettre d'éventuelles analogies avec les comportements mesurés dans l'os trabéculaire. La diversité des matériaux testés a abouti à une grande diversité de comportements acoustiques non-linéaires observés.

Enfin, le quatrième chapitre présente les résultats obtenus dans l'os trabéculaire du calcanéum. En premier lieu, des échantillons entiers, préparés par deux techniques différentes de suppression de la moelle osseuse, sont étudiés. Des mesures ont été réalisées dans les différentes régions du calcanéum. Il en ressort que seules les régions de faible porosité (typiquement 75%) peuvent générer de fortes non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives. Ensuite, une étude préliminaire présente la sensibilité au niveau d'endommagement osseux trabéculaire de la technique de mesure développée. Deux lots de sept échantillons parallélépipédiques, découpés selon la direction principale du réseau trabéculaire de calcanéums, sont endommagés par deux types de sollicitations mécaniques différentes : un endommagement par fatigue en compression et un endommagement par compression quasi-statique. Les non-linéarités acoustiques ont montré une augmentation significative après l'endommagement par fatigue. En revanche, pour le cas de l'endommagement par compression quasi-statique, on n'observe pas de tendance générale, seuls quelques échantillons ont montré une forte augmentation des non-linéarités acoustiques. Ces deux modalités d'endommagement mécanique pourraient générer une forme et une quantité d'endommagement différentes, ce qui expliquerait les résultats différents obtenus pour ces deux lots d'échantillons.

# Chapitre 1

## Résistance osseuse et micro-endommagement, place des méthodes acoustiques dans le diagnostique non-invasif

### Sommaire

---

<b>1.1</b>	<b>Physiologie et biomécanique osseuse . . . . .</b>	<b>16</b>
1.1.1	Anatomie et remodelage du milieu osseux . . . . .	16
1.1.2	Déterminants de la résistance osseuse . . . . .	23
1.1.3	Altérations des propriétés mécaniques osseuses . . . . .	58
<b>1.2</b>	<b>Le Micro-Endommagement Osseux (MEO) : morphologie, localisation, détection et impacts sur la biomécanique osseuse . . . . .</b>	<b>64</b>
1.2.1	Caractérisation du micro-endommagement osseux (MEO) . . . . .	64
1.2.2	Relation entre micro-endommagement et propriétés mécaniques osseuses . .	91
<b>1.3</b>	<b>Caractérisation non-invasive de la résistance osseuse . . . . .</b>	<b>94</b>
1.3.1	Ostéodensitométrie par rayons X, diagnostic de référence actuel . . . . .	94
1.3.2	Imagerie tridimensionnelle haute résolution pour la mesure de paramètres architecturaux . . . . .	94
1.3.3	Méthodes ultrasonores . . . . .	96
1.3.4	Besoin d'une méthode non-invasive pour étudier la relation entre niveau d'endommagement et résistance osseuse . . . . .	100
	<b>Bibliographie . . . . .</b>	<b>101</b>

---

Le tissu osseux, formant le squelette du corps humain, est le siège d'une adaptation permanente aux contraintes mécaniques endurées au cours d'une vie. La complexité de sa structure composite multi-échelle, de sa composition chimique et de l'ensemble de sa physiologie lui permet d'assurer des fonctions variées. En effet, le tissu osseux constitue la charpente de l'appareil locomoteur et un réservoir d'énergie (graisse dans la moelle) et de minéraux essentiels (calcium et phosphore dans le tissu osseux), il assure également la protection des organes internes et la formation des cellules sanguines au sein de la moelle osseuse (hématopoïèse).

Etudier un aspect particulier de ses propriétés mécaniques, comme nous le proposons dans ce travail de thèse, nécessite de donner au lecteur non-spécialiste de l'os un état de l'art le plus exhaustif de l'ensemble des mécanismes et facteurs qui déterminent la résistance mécanique du tissu osseux. A cet effet, ce chapitre propose une première partie où la physiologie osseuse, les déterminants et les causes de la dégradation de la résistance osseuse sont présentés. Une seconde partie est dédiée à la description du micro-endommagement du tissu osseux et à son influence sur la résistance mécanique osseuse. Enfin, dans une troisième partie, la place et les perspectives des méthodes acoustiques dans le diagnostic non-invasif de la fragilité osseuse seront discutées. De fait, seul un diagnostic à plusieurs modalités (rayonnement X, ondes acoustiques,...) des principaux déterminants de la résistance osseuse sera susceptible de fournir une mesure quantitative précise de la fragilité osseuse. En particulier, la mesure des effets non-linéaires acoustiques serait prometteuse pour l'estimation *in vivo* du niveau de micro-endommagement osseux.

## 1.1 Physiologie et biomécanique osseuse

### 1.1.1 Anatomie et remodelage du milieu osseux

#### 1.1.1.1 Anatomie osseuse

On distingue dans le squelette deux types d'os : l'os cortical ou compact dont la porosité (fraction volumique n'étant pas du tissu osseux) est faible (inférieure à 20%) et l'os trabéculaire ou spongieux dont la porosité est supérieure à 70% (figures 1.1 et 1.2) [1]. La porosité des os est connectée. Dans l'os cortical, elle est constituée des lacunes ostéocytaires (espace occupé par les cellules emmurées dans le tissu osseux appelées ostéocytes), des canaux de Volkmann et de Havers (figure 1.2). La porosité trabéculaire est comblée de moëlle constituée de graisse principalement, de vaisseaux sanguins et d'autres fluides. L'os cortical représente environ 80% de la masse osseuse du squelette, il est situé aux diaphyses (partie centrale de forme tubulaire) des os longs (fémur par exemple) et entoure les os plats (crâne et bassin par exemple) et courts (vertèbres et calcanéum (os du talon) par exemple). L'os trabéculaire est situé aux extrémités (métaphyses et épiphyses) des os longs et au centre des os plats et des os courts. La structure trabéculaire osseuse est formée d'un réseau de tiges et de plaques de tissu osseux interconnectées, appelées travées. L'os trabéculaire supporte de fortes déformations



et est 10 à 1000 fois moins rigide en compression que l'os cortical (voir 1.1.2.2), par conséquent les zones trabéculaires jouent le rôle d'un amortisseur alors que l'os cortical assure la rigidité en flexion des os longs [1].

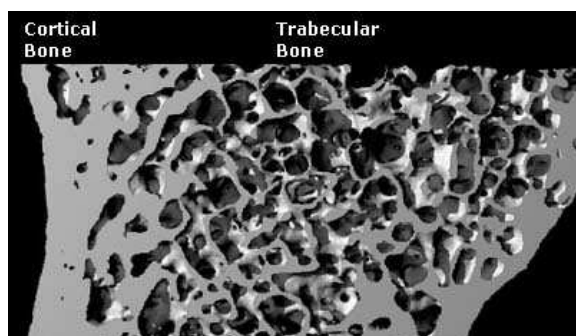


FIGURE 1.1 – Image en coupe d'os du bassin obtenue par rayons X montrant les zones corticales qui entourent la zone trabéculaire à l'intérieur [2].

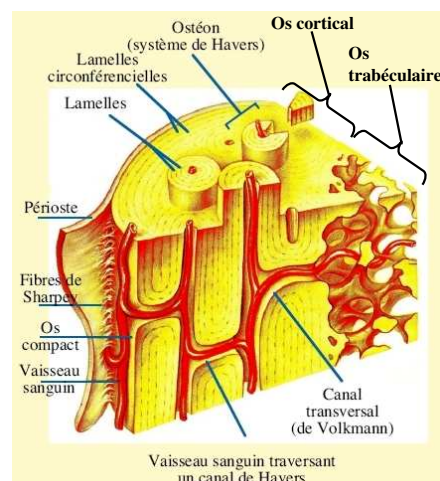


FIGURE 1.2 – Coupe schématisée d'un os long montrant la structure de l'os cortical. [3]

### 1.1.1.2 Le remodelage osseux

Structure vivante, 5 à 10% du squelette est renouvelé chaque année à l'âge adulte. Le remodelage osseux est indispensable au maintien des fonctions mécaniques et métaboliques des os. Calcium et phosphore sont prélevés sur les os pour réguler la concentration de ces minéraux dans le sang et assurer l'approvisionnement des cellules (homéostasie calcique)<sup>1</sup>.

#### *Phases du remodelage osseux*<sup>2</sup>

A l'âge adulte, chaque cycle de remodelage comprend une phase de résorption osseuse de deux à trois semaines, qui précède une phase de formation d'environ trois mois. Le remodelage osseux est assuré par des unités fonctionnelles de remodelage, d'environ  $100\mu\text{m}$ , indépendantes les unes des autres dans leur localisation et dans leur activation. Des cellules appelées ostéoclastes dégradent le tissu osseux (résorption), puis les ostéoblastes synthétisent un nouveau tissu osseux (formation) (figures 1.3, 1.4 et 1.5). Les ostéoblastes synthétisent d'abord une matrice extracellulaire appelée ostéoïde (formée de collagène et autres protéines structurales), qui est ensuite minéralisée. La première minéralisation augmente la densité minérale à environ 70% de son maximum (environ  $1.5\text{ g/cm}^3$ ) pendant les

1. La concentration en calcium dans le sang doit être particulièrement constante, celle en phosphore est plus variable. Ils sont indispensables au fonctionnement de tous les organes, en particulier les nerfs et les muscles.

2. Des animations pédagogiques permettent de mieux comprendre le remodelage osseux sur le site internet <http://courses.washington.edu/bonephys/>

premiers jours alors que la minéralisation secondaire augmente la densité minérale jusqu'à 90-95% du maximum pendant les quelques mois suivants [1]. La durée de la phase de minéralisation (figure 1.3) détermine la rigidité du tissu osseux. Plus elle est longue, plus les cristaux d'hydroxyapatite (calcium et phosphate) peuvent se développer et plus le tissu osseux est rigide. Pour l'os trabéculaire, le remodelage se produit à la surface des travées (figures 1.5 et 1.6). Pour l'os cortical, le remodelage s'effectue par la création de « tunnels » appelés ostéons (figures 1.7 et 1.8).

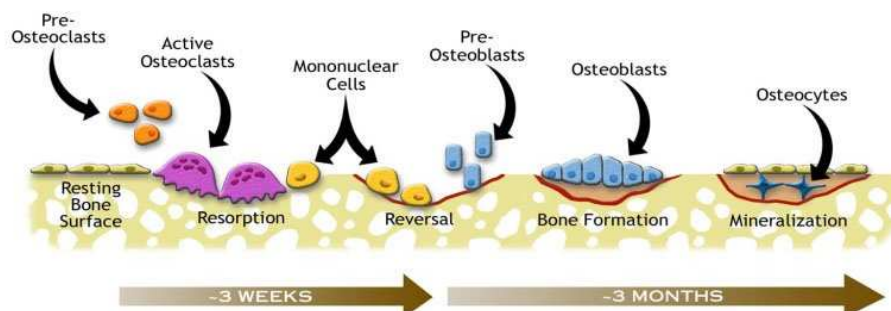


FIGURE 1.3 – Cycle de remodelage osseux [4].

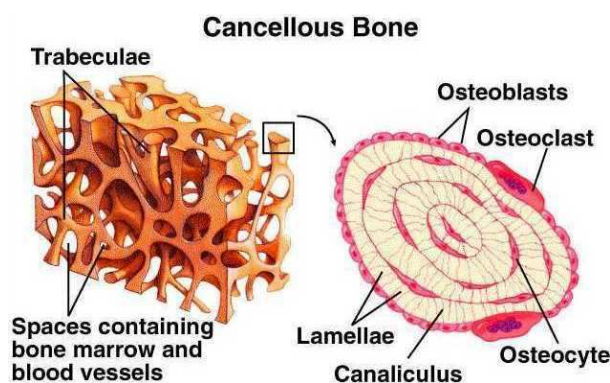


FIGURE 1.4 – Les acteurs du remodelage osseux dans l'os trabéculaire [5].

### *Fréquence du remodelage osseux*

La dynamique du remodelage osseux est différente dans l'os trabéculaire et l'os cortical. En raison de la grande surface de contact avec les précurseurs des cellules osseuses (rapport surface/volume de tissu osseux de 20 pour l'os trabéculaire contre 2.5 pour l'os cortical [1]), 25% de l'os trabéculaire adulte est remodelé chaque année contre 3% pour l'os cortical [6][7]. Ceci explique que la perte osseuse chez l'adulte vieillissant prédomine dans le secteur trabéculaire. En outre, la fréquence du remodelage osseux varie selon le site osseux pour l'os cortical et l'os trabéculaire [6]. Le remodelage osseux est en effet plus fréquent dans le squelette axial ou central (colonne vertébrale) que dans le squelette appendiculaire ou périphérique (membres) [8]. Par conséquent, le remodelage osseux est certainement moins fréquent dans l'os trabéculaire du calcanéum que dans l'os trabéculaire des vertèbres.

### Activation du remodelage osseux

La stimulation et l'inhibition du remodelage osseux sont régulées par des facteurs systémiques et locaux, donnant lieu à un remodelage respectivement aléatoire dans le squelette et ciblé.

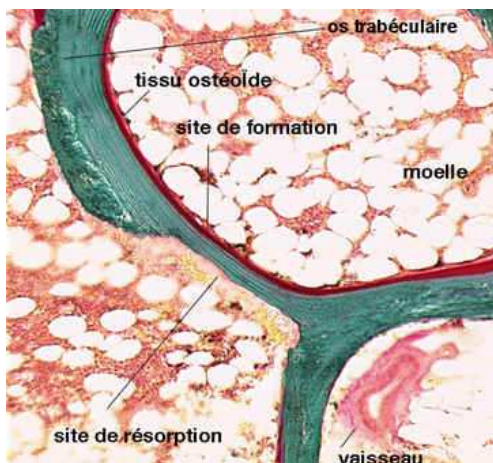


FIGURE 1.5 – Os trabéculaire en remodelage (vue en coupe) [9].

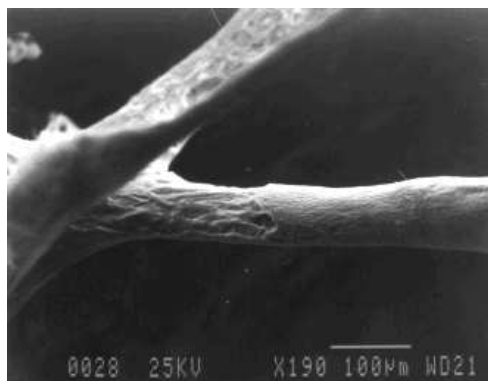


FIGURE 1.6 – Site en remodelage sur une travée, observé au microscope électronique à balayage [10].

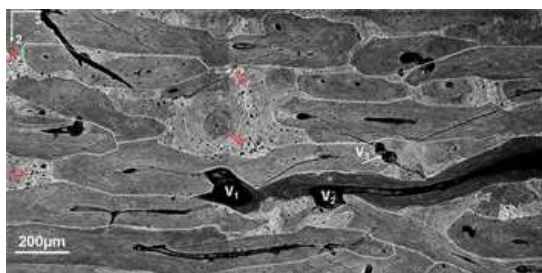


FIGURE 1.7 – Processus de remodelage osseux au sein d'un os cortical. La « traînée » noire (au niveau de V2) représente une cavité creusée par des cellules nommées ostéoclastes [11].

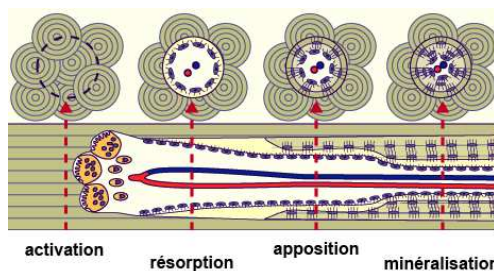


FIGURE 1.8 – Étapes principales du remodelage osseux dans l'os cortical : activation, puis résorption du tissu ancien, ensuite apposition de l'ostéoïde, enfin minéralisation du nouveau tissu [11].

Au niveau systémique, chez l'adulte, deux types d'hormones jouent un rôle dans la régulation du calcium, et par conséquent dans le remodelage osseux : la parathormone (PTH) et les hormones sexuelles. La PTH stimule la formation osseuse<sup>3</sup>. Les hormones sexuelles (testostérone et oestrogène) jouent un rôle dans la croissance et la résistance des os<sup>4</sup>. Chez la femme, à la ménopause, le taux (la production) d'oestrogène chute à 10% de la valeur avant la ménopause, la fréquence de remodelage augmente alors. S'ensuit une perte de masse osseuse importante. Enfin, une déficience en vitamine

3. Synthétisée dans les glandes parathyroïdes, cette hormone augmente la calcémie et diminue la phosphorémie en augmentant l'élimination urinaire

4. L'oestrogène agit sur les ostéoclastes et les ostéoblastes pour inhiber la résorption osseuse et stimuler la formation osseuse. La testostérone stimule la croissance des muscles qui, en créant des efforts mécaniques plus importants dans le tissu osseux, stimule la formation d'os [12].

D produit une mauvaise minéralisation, pathologie appelée rachitisme chez l'enfant et ostéomalacie chez l'adulte (voir partie 1.1.3.2). Cette faible minéralisation du tissu osseux rend les os peu rigides et conduit à des fractures.

Au niveau local, certaines cellules appelées ostéocytes (figures 1.4 et 1.9) s'emmurent dans l'os et forment un réseau de mécano-récepteurs. Elles seraient sensibles aux déformations locales créées par les efforts supportés par le squelette. Induits par la déformation locale dynamique du tissu, des mouvements de fluides interstitiels dans les canaux reliant les ostéocytes permettraient d'informer les ostéoblastes et les ostéoclastes sur la nécessité de détruire et/ou de bâtir localement du tissu osseux.

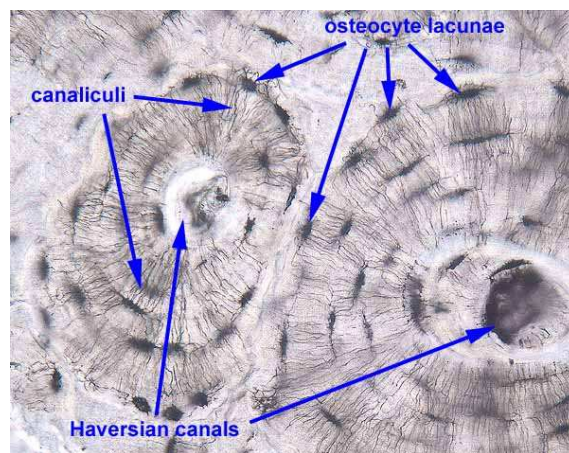


FIGURE 1.9 – Vue en coupe d'os cortical montrant les ostéocytes, cellules emmurées dans des cavités (lacunes) du tissu osseux et reliées par un réseau de canaux (canalicules) permettant de les nourrir [13].

La formation de tissu osseux est stimulée par des chargements mécaniques dynamiques mais pas par un effort statique. L'effet de la stimulation dépend de la fréquence du chargement dynamique et sature au bout d'un certain temps [12][14]. Des essais de fatigue *in vivo* sur l'os ulna (ou cubitus) de rats ont mis en évidence des seuils de déformation (autour de 0.1 %) en deçà desquels la formation osseuse n'était pas stimulée [15]. Une étude *in vivo* sur l'os du tibia de souris a montré que l'application d'efforts dynamiques (2 Hz) répétitifs augmentait la formation d'os cortical. La masse osseuse trabéculaire a d'abord augmenté puis a diminué et l'architecture a été modifiée à partir de 12 semaines de sollicitation mécanique [16].

Le métabolisme osseux permet d'adapter la structure des os aux sollicitations mécaniques qu'ils subissent [12][17]. Cette adaptation osseuse fonctionnelle se produit tant sur le plan quantitatif que qualitatif. En effet, lors d'un alitement prolongé ou d'un vol spatial, l'absence de sollicitation mécanique du squelette conduit à une perte de masse osseuse<sup>5</sup>. D'autre part, l'architecture de la matrice

5. La perte de masse osseuse se produit principalement dans la partie inférieure du squelette, elle est quasi inexistante dans la partie supérieure. En effet, dans des conditions normales, la partie inférieure du squelette supporte des contraintes mécaniques plus importantes, lors d'un alitement



solide trabéculaire est renforcée dans la direction des efforts mécaniques supportés par chaque os. Par exemple, l'os trabéculaire des vertèbres (figure 1.11) présente un réseau principal vertical alors que la tête de fémur (figure 1.12), dont le chargement est plus complexe, comprend trois faisceaux principaux formant un triangle. L'os du talon (calcanéum) possède deux faisceaux principaux (figure 1.10). L'implémentation de lois du remodelage permet de simuler l'influence de l'état de chargement d'un os trabéculaire sur l'adaptation progressive de l'architecture trabéculaire [18][19].



FIGURE 1.10 – Vue en coupe du calcanéum [20].

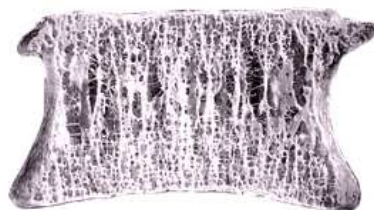


FIGURE 1.11 – Photo d'une vertèbre en coupe [21].

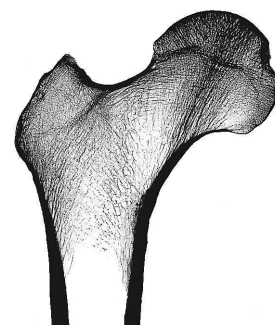


FIGURE 1.12 – Radiographie d'une coupe de tête de fémur [22].

De plus, l'endommagement (micro-fissures) d'une zone de tissu osseux, lorsqu'il modifie le réseau formé par les ostéocytes (en sectionnant des canaux reliant les ostéocytes par exemple), déclencherait un remodelage osseux local pour remplacer le tissu endommagé (figures 1.13 et 1.14) [23][24]. Des études montrent que les fissures s'accumulent dans le tissu osseux lorsque les ostéocytes meurent, phénomène appelé apoptose (mort cellulaire programmée). Lorsque les ostéocytes meurent, le réseau est alors moins homogène et moins fin dans le tissu et son aptitude à détecter une fissure serait amoindrie [25][26]. En effet, autour de 70 ans, une baisse de la densité d'ostéocytes, concomitante d'une augmentation de la densité de micro-fissures, a été observée dans le tissu trabéculaire fémoral [27]. De plus, une étude rapporte que la densité d'ostéocytes dans le tissu trabéculaire de patients ostéoporotiques ayant subi une fracture vertébrale est inférieure de 34% par rapport à celle des patients sans fracture [28].

Des essais de fatigue *in vivo* sur l'os ulna de rats ont montré une diminution de la rigidité des os due à l'accumulation de micro-fissures. Lorsque l'excitation mécanique est stoppée, la rigidité retrouve ou dépasse progressivement sa valeur initiale grâce au remodelage stimulé par le micro-endommagement et les déformations imposées au tissu osseux [31].

---

prolongé ou en situation d'apesanteur, elle subit une diminution des sollicitations mécaniques plus importante que la partie supérieure du squelette.

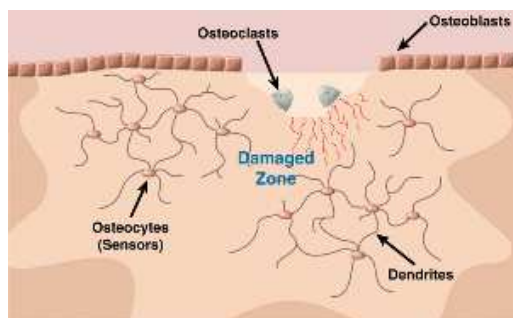


FIGURE 1.13 – Schématisation de la détection de micro-endommagement du tissu par le réseau d'ostéocytes qui déclenche un remodelage local du tissu osseux. [29]

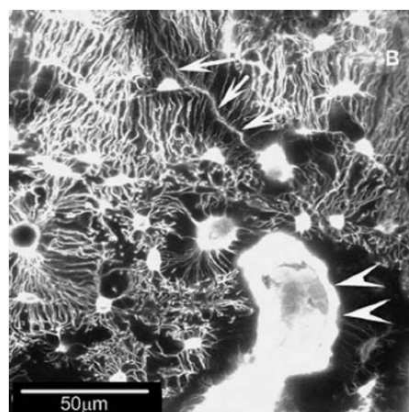


FIGURE 1.14 – Observation par microscopie à épi-fluorescence d'une unité de remodelage osseux (indiquée par les grandes têtes de flèches) en phase de résorption se dirigeant vers une fissure (indiquée par les petites flèches). On remarque des ostéocytes entourées par une grande quantité de dendrites [30]

Cependant, comme le remodelage osseux se produit à la surface des travées pour l'os trabéculaire (figures 1.6 et 1.5) et le long de canaux creusés par les ostéoclastes dans l'os cortical (figures 1.7 et 1.8), certaines zones intérieures sont difficilement accessibles au remodelage [32]. Dans ces zones, l'âge du tissu osseux peut dépasser 20 ans.

La profondeur du remodelage varie entre 40 et 60  $\mu\text{m}$  (figures 1.6 et 1.5), par conséquent si deux zones proches et opposées d'une travée subissent un remodelage au même moment, la travée peut être sectionnée ou perforée de manière irréversible (figure 1.15) [33][10]. Si la distance entre les deux parties de la travée fracturée est suffisamment faible, il peut néanmoins se former un micro-cal osseux permettant de souder les deux morceaux de la travée (figure 1.16). Les micro-cals sont particulièrement présents dans les travées verticales de l'os trabéculaire vertébral. En effet, quand ces travées subissent une compression pendant le chargement physiologique, les deux parties d'une travée cassée restent en contact [10].

### *Dysfonctionnement du remodelage osseux*

Plusieurs pathologies osseuses, comme l'ostéoporose, proviennent d'un dysfonctionnement de cet équilibre complexe (voir partie 1.1.3). Soit la résorption est trop importante, soit la formation est insuffisante, soit ces deux problèmes coexistent. Les causes peuvent être multiples : les ostéocytes peuvent envoyer un signal erroné, les taux d'hormones trop élevés ou trop faibles peuvent dérégler la balance résorption/formation. Notons que les deux fonctions du squelette, charpente et réservoir, sont en compétition puisque calcium et phosphore sont les éléments qui confèrent aux os leur rigidité. Si les ponctions de minéraux sont trop importantes, les os deviennent moins denses et peuvent être



FIGURE 1.15 – Perforation ostéoclastique d’une fine travée horizontale observée au microscope électronique à balayage [34].

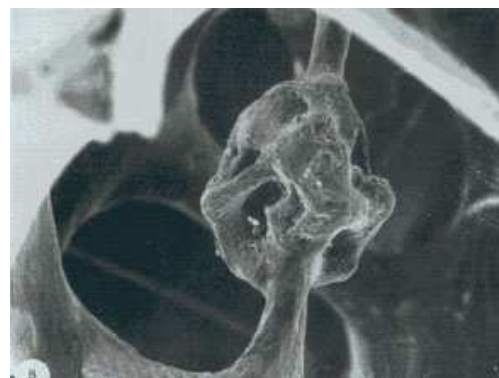


FIGURE 1.16 – Micro-cal osseux probablement formé après perforation ou rupture d’une travée observé au microscope électronique à balayage.

fragilisés. D’autre part, un remodelage trop important ou trop faible pourrait causer l’accumulation de micro-fissures dans le tissu osseux [35].

### 1.1.2 Déterminants de la résistance osseuse

Les scientifiques s’intéressaient déjà à la résistance osseuse au XIX<sup>ème</sup> siècle [36][37][38], néanmoins la question des déterminants de la résistance osseuse est loin d’être résolue. Ces déterminants sont nombreux et interdépendants. Nombre de groupes de recherche ont étudié l’influence de quelques paramètres (liés au savoir-faire du groupe de recherche) sur la résistance osseuse (qui n’est pas toujours mesurée de manière exhaustive : élasticité, résilience, anisotropie, influence de la viscoélasticité). Récemment, des études tentent de synthétiser toutes ces études partielles pour évaluer quels sont les principaux déterminants de la résistance osseuse [39][40][41][42][43][44][45][46]. Le rôle particulier du micro-endommagement est aujourd’hui équivoque, ce qui a particulièrement motivé le développement d’une méthode acoustique pour l’évaluation non-invasive du micro-endommagement *in vitro* et *in vivo*. Cette partie a pour but d’exposer succinctement le vaste problème de la résistance osseuse et positionner le micro-endommagement dans cette problématique. Le cas de l’os trabéculaire sera plus approfondi que l’os cortical car les mesures acoustiques présentées dans la suite de l’étude seront appliquées à l’os trabéculaire.

#### 1.1.2.1 Définition de la résistance osseuse

La résistance osseuse est l’aptitude d’un os à supporter un effort mécanique sans rupture ou sans endommagement irréversible. Les os peuvent casser sous l’effet d’un effort mécanique ponctuel suffisamment puissant (choc lors d’une chute par exemple) ou sous les effets cumulatifs de chargements

mécaniques relativement faibles et répétitifs (par exemple, rupture par fatigue du calcanéum chez les sportifs ou les personnes obèses).

La rupture, ou non-rupture, est le résultat de la confrontation entre un effort appliqué à l'os et la loi de comportement (relation contrainte-déformation) de l'os, elle-même fonction des caractéristiques de la sollicitation. La sollicitation mécanique est définie par la contrainte ou déformation maximale appliquée, la vitesse à laquelle la force est créée et la direction de l'effort par rapport à l'os. La loi de comportement de l'os à l'échelle macroscopique dépend principalement de son architecture macroscopique (pour l'os trabéculaire : épaisseur, longueur, espacement et interconnectivité des travées, anisotropie du réseau de travées) et des propriétés mécaniques locales du tissu osseux qui dépend de la minéralisation, de l'organisation lamellaire à l'échelle microscopique et du micro-endommagement. En outre, de part l'anisotropie et la viscoélasticité, l'équation d'état apparente de l'os dépend de la vitesse d'application et la direction de la force. La figure 1.17 schématise de façon simplifiée l'influence des différents acteurs de la résistance osseuse dans un raisonnement unidimensionnel.

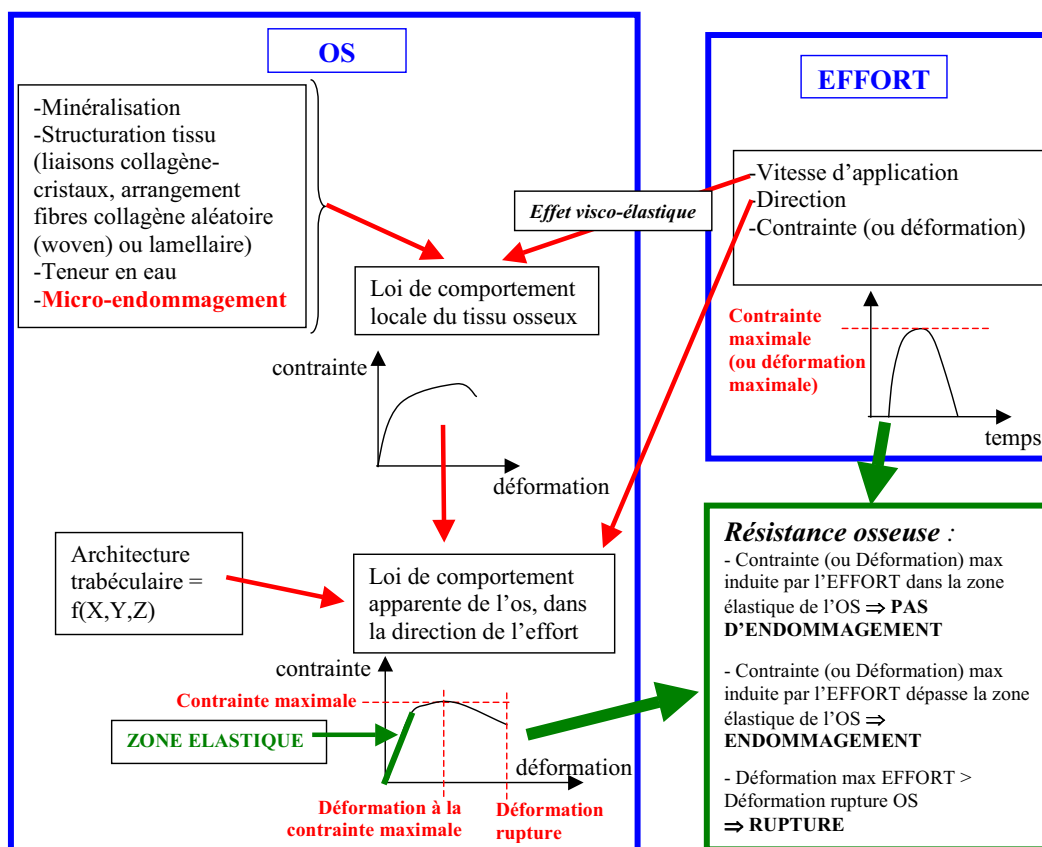


FIGURE 1.17 – Déterminants de la résistance osseuse et position du micro-endommagement pour un effort mécanique uniaxial important. Le cas de la rupture par fatigue n'est pas schématisé.

Aujourd'hui, le risque de fracture est essentiellement diagnostiqué par une mesure de la densité



minérale osseuse apparente (mesurée par absorptiométrie des rayons X, voir partie 1.3), qui dépend principalement de la porosité mais aussi de la minéralisation (donc de la densité) moyenne du tissu osseux [47]. La complexité du problème esquissée par la figure 1.17 montre la nécessité d’une évaluation multi-paramétrique de la résistance osseuse. En effet, la densité minérale osseuse seule permet d’expliquer 60 à 70 % des variations des propriétés mécaniques des os (module d’Young et contrainte maximale)[41]. Mais la prise en compte de paramètres architecturaux à partir d’images tridimensionnelles haute-résolution *in vitro* permet d’expliquer jusqu’à 90% de ces variations [48]. Du reste, à densité minérale osseuse égale, le risque de fracture augmente avec l’âge [49][50]. De plus, l’augmentation de la DMO induite par un traitement médicamenteux anti-résorption osseuse n’explique pas seule la diminution du risque de fracture [51]. Aussi d’autres facteurs que la porosité et la densité minérale du tissu déterminent la résistance osseuse.

Les déterminants de la résistance osseuse et leurs influences relatives sont détaillés dans la suite.

### 1.1.2.2 Propriétés mécaniques apparentes

Cette partie donne les ordres de grandeur de quelques paramètres mécaniques apparents (figure 1.18) mesurés par essais mécaniques quasi-statiques<sup>6</sup> pour l’os cortical et l’os trabéculaire afin de les situer par rapport à des matériaux courants (tableau 1.1).

#### *Os cortical*

Le module d’Young a été mesuré sur de grands échantillons humains en traction, compression (dans l’axe de l’os long) ou flexion (figure 1.19) [1][53][54][55]. La différence entre la contrainte maximale en traction et en compression (tableau 1.1) suggère que l’os cortical est adapté à un état de chargement où la compression est supérieure à la traction, comme un chargement mixte de type flexion plus compression uniaxiale que supporte la diaphyse fémorale [56]. Une étude récente a d’ailleurs constaté que le degré de minéralisation (corrélé avec la rigidité et la contrainte maximale) de la zone en compression du col du fémur était supérieur à celui de la zone en traction [57].

#### *Os trabéculaire*

Le module d’Young et la contrainte maximale de l’os trabéculaire humain, mesurés en compression dans l’axe du réseau trabéculaire principal, dépendent beaucoup du site osseux (porosité et architec-

---

6. Les essais quasi-statiques, réalisés à une vitesse de déformation lente (de l’ordre de 1 mm/min), en compression, traction, flexion ou torsion, permettent de déterminer la relation contrainte-déformation jusqu’à la rupture. On distingue classiquement la zone élastique où la relation contrainte-déformation est linéaire et la zone plastique où la relation est non-linéaire. Le dépassement de la zone élastique induit un endommagement irréversible. Le module d’Young (coefficient de proportionnalité entre contrainte et déformation en Méga-Pascal) caractérise la zone élastique, tandis que la zone plastique est caractérisée par la contrainte et la déformation à la limite élastique, la contrainte maximale et la déformation correspondante, et la déformation à la rupture. La surface sous la courbe contrainte-déformation est aussi utilisée pour caractériser plus globalement l’énergie de déformation que le matériau est capable d’absorber jusqu’à la rupture.

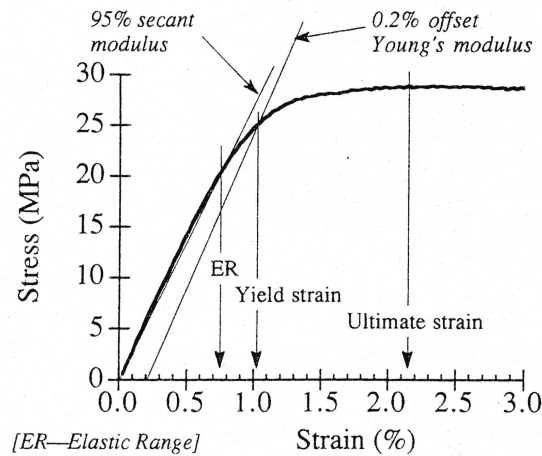


FIGURE 1.18 – Définition des paramètres mécaniques de la relation contrainte-déformation (*stress-strain* en anglais) obtenus par essai quasi-statique. La limite entre la zone élastique et la zone plastique est définie couramment par la contrainte et la déformation à la limite élastique (*yield stress* et *yield strain* en anglais). La fin de la zone élastique est parfois définie par l'intersection de la courbe avec la droite ayant une pente correspondant à 95% du module d'Young. La déformation ultime (*ultimate strain* en anglais) est la plus faible déformation à laquelle se produit la contrainte maximale [52].

TABLE 1.1 – Ordres de grandeur de quelques propriétés mécaniques (voir dans le texte pour les références).

Matériau	Module d'Young (GPa)	Module de cisaillement (GPa)	Contrainte maximale (MPa)	Déformation à la rupture (%)
aciers au carbone	200	80	500-1500	20-30
alliages d'aluminium	70	25	300-700	5-30
polyméthacrylate de méthyle (PMMA)	3	1	100	2-5
os cortical (dans l'axe des os longs)	10-20	3-5	80-150 (traction), 100-250 (compression)	1-3
os trabéculaire	0,2 (vertèbre ostéoporotique), 3 (col de fémur sain)	0,1-0,5 (col de fémur)	0,1-30	> 50 (compression), < 10 (traction)

ture) (tableau 1.1) [59][60][61][62][63][64][65][66]. Le module de cisaillement a également été mesuré sur de l'os trabéculaire fémoral humain [67] (tableau 1.1). En outre, l'os trabéculaire a la particularité d'avoir une déformation à la limite élastique très peu dépendante de la porosité et du site osseux (coefficient de variation autour de 5%) [62][68] (tableau 1.1).

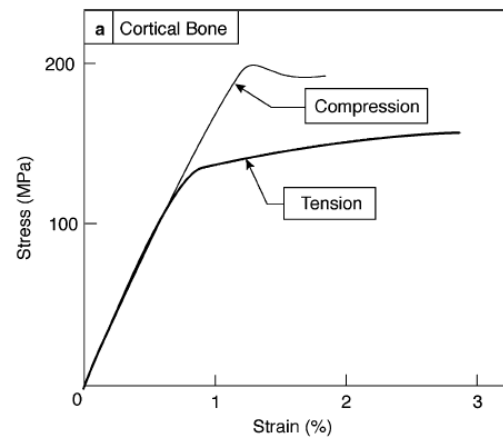


FIGURE 1.19 – Relations contrainte-déformation typiquement obtenues pour l'os cortical en traction et compression [58].

#### *Asymétrie compression/traction des paramètres mécaniques*

Dès les années 1970, des études montrent que l'os cortical humain est plus résistant en compression qu'en traction, la contrainte maximale en compression est supérieure à celle en traction [55]. La déformation correspondant à la limite élastique est également supérieure en compression, entre 0.88 et 1.1% en compression et entre 0.56 et 0.71% en traction [69].

Pour l'os trabéculaire humain, la contrainte à la limite élastique mesurée en compression est significativement supérieure à celle en traction uniquement dans le col du fémur ( $17.45 \pm 6.15$  MPa en compression,  $10.93 \pm 3.08$  MPa en traction) [62]. En revanche, la déformation à la limite élastique mesurée en traction (entre 0.7 et 0.85%) est inférieure à celle en compression (entre 0.61 et 0.7%) pour tous les sites osseux explorés [62]. En effet, ces valeurs sont très peu dépendantes du site osseux, donc de l'architecture et de la porosité. Ces constatations expérimentales ont été confirmées par des simulations en éléments finis [70].

La forme de la courbe contrainte-déformation est cependant très proche en traction et compression pour l'os cortical (figure 1.19). Ce qui n'est pas le cas pour l'os trabéculaire qui montre des comportements différents en compression et en traction comme beaucoup de matériaux cellulaires poreux [71] (figures 1.20 et 1.21). En substance, on distingue 3 phases pendant la compression : la zone élastique jusqu'à la contrainte à la limite élastique, puis la zone plastique où la contrainte augmente d'abord jusqu'à un maximum (contrainte maximale), ensuite la déformation augmente à contrainte relativement constante sous l'effet des flexions et flambages successifs des travées, enfin une reprise de raideur par densification du milieu induit par les ruptures progressives des travées.

Cependant aucune asymétrie du module élastique n'a été mesurée pour l'os cortical [63][54] et l'os trabéculaire [72][73].

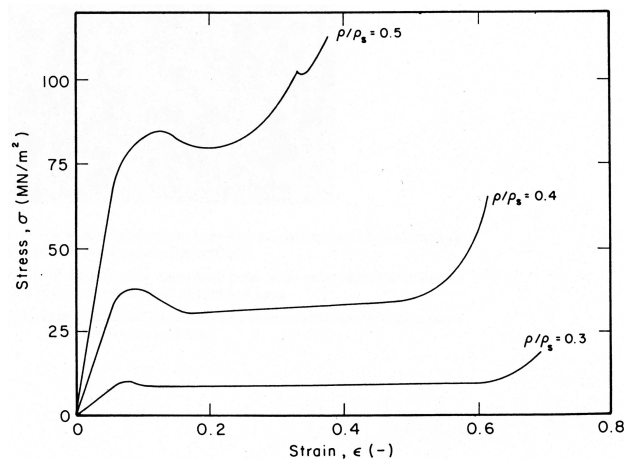


FIGURE 1.20 – Relations contrainte-déformation typiquement obtenues pour l'os trabéculaire bovin en compression, pour 3 porosités différentes [74].

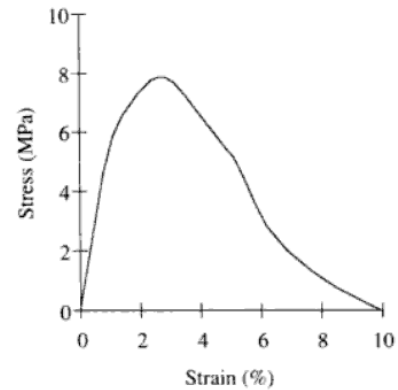


FIGURE 1.21 – Relations contrainte-déformation typiquement obtenues pour l'os trabéculaire humain en traction [56].

### *Anisotropie trabéculaire*

Comme il a été dit précédemment, la structure trabéculaire est renforcée dans les directions des efforts principaux subis par chaque os. C'est pourquoi les propriétés mécaniques des os trabéculaires sont généralement anisotropes. Par exemple pour l'os trabéculaire humain du calcanéum, le module d'Young mesuré dans l'axe principal du réseau trabéculaire peut atteindre 1144 MPa. Dans les deux autres directions, le module d'Young ne dépasse pas 258 MPa [75].

### 1.1.2.3 Architecture

On peut distinguer 3 niveaux dans l'architecture des os : nano-architecture (organisation des fibres de collagène et cristaux, 1-100 nm), micro-architecture (structures lamellaires, 1-5 microns), macro-architecture (0.2-2 mm). Si la macro-architecture et la micro-architecture sont différentes pour l'os cortical et trabéculaire, la nano-structure est identique pour les deux types d'os (figures 1.22 et 1.23).

### *Nano-structure*

Le tissu osseux est constitué de cellules (en particulier les ostéocytes) et d'une matrice extra-cellulaire. Cette dernière occupe environ 95% du volume tissulaire et peut être subdivisée en une matrice organique (30-40% de la masse soit environ 35% du volume) et une matrice inorganique (60-70% de la masse soit environ 40% du volume, cristaux d'hydroxyapatite de calcium et de phosphate<sup>7</sup>). La matrice organique est composée à 90 % de collagène de type 1 aussi appelé collagène fibrillaire (figure

7. Ce cristal possède une densité de 3,08 et une dureté de 5 sur l'échelle de Mohs qui va jusqu'à 10 pour le diamant, une lame de couteau ou du verre ont une dureté de 5,5 sur cette échelle

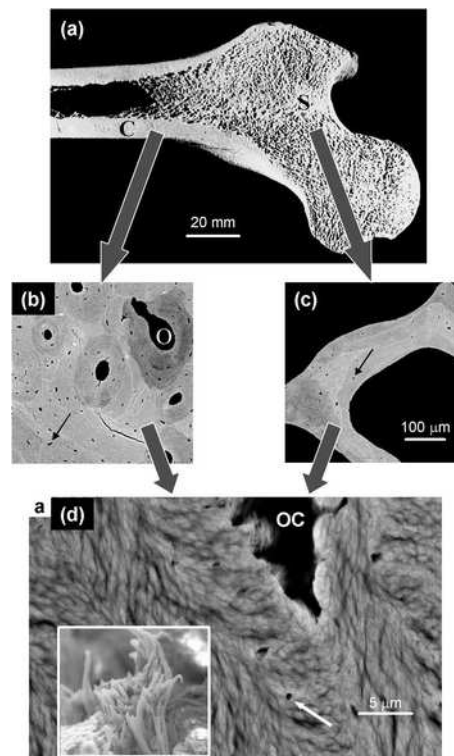


FIGURE 1.22 – Trois niveaux de l'architecture osseuse [76].

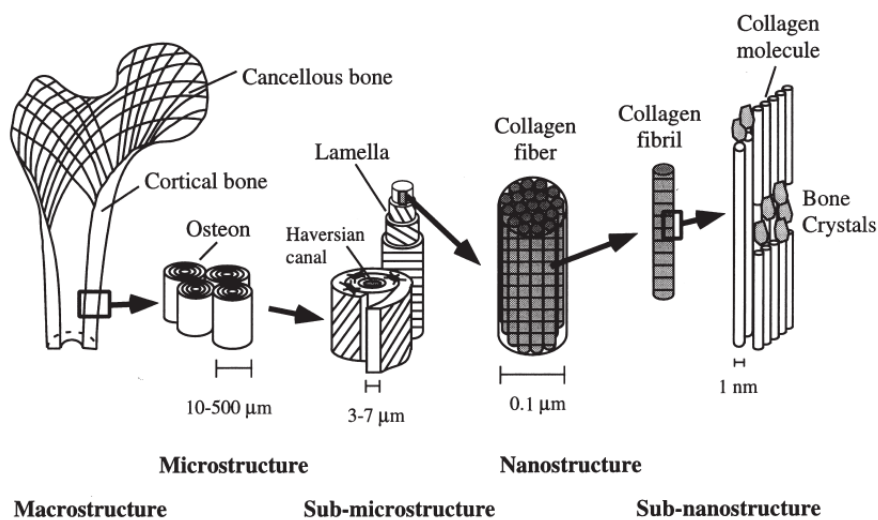


FIGURE 1.23 – Hiérarchie structurale du tissu osseux [77].

1.24), la fraction restante est appelée substance fondamentale ou amorphe (protéines) dans laquelle baignent les fibres de collagène. La teneur en eau, 10-20% de la masse soit environ 25% du volume de la matrice extracellulaire, est très variable en fonction de l'âge et du degré de minéralisation. L'eau du tissu osseux existe sous forme liée (au collagène) et libre [1][78][79][63].

Le tissu osseux est un matériau composite constitué de cristaux d'hydroxyapatite de calcium et de phosphate incrustés dans un réseau de fibres de collagène de type 1. L'assemblage des molécules de

collagène (fibres d'environ 1 nm de diamètre constituées d'une triple hélice de trois acides aminés répétés) présente une périodicité spatiale de 67 nm observable sur une fibrille. Les cristaux, mesurant environ 5x5x20 nm [80], se logent dans l'espace libre mesurant 40 nm, entre deux molécules consécutives (figures 1.23 et 1.24).

De part sa structure composite, le tissu osseux se montre à la fois rigide (grâce à la rigidité des cristaux d'hydroxyapatite<sup>8</sup>) et tenace (grâce à la ténacité du collagène et de la substance amorphe). L'influence de l'interaction entre ces composants et des caractéristiques de chacun dans la détermination des propriétés mécaniques du tissu osseux est encore mal comprise et fait toujours l'objet de sujets d'études [82][83][80]. Néanmoins il semble qu'un défaut dans l'interconnection des fibres de collagène puisse altérer la résistance osseuse [84].

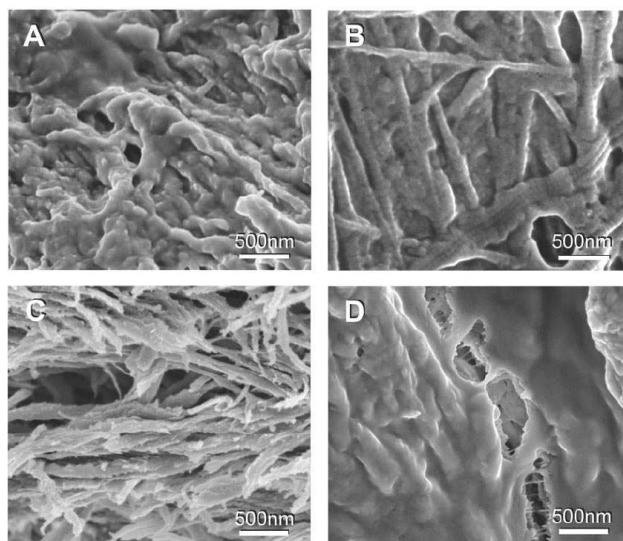


FIGURE 1.24 – Fibres de collagène provenant du même os observées au microscope électronique à balayage. A) Fibres de collagène minéralisées baignant dans la substance amorphe, ressemblant à une sorte de glue. B) Fibres de collagène non minéralisées montrant la périodicité caractéristique de 67 nm. C) Fibres de collagène minéralisées sans substance amorphe. D) Formation d'une fissure dans une zone avec beaucoup de substance amorphe, cette « glue » semble résister à l'ouverture de la fissure [85].

### *Micro-structure*

A l'échelle sub-microscopique, on distingue deux types de tissu osseux : l'os lamellaire et l'os tissé ou filaire (« woven bone » en anglais). L'os tissé est formé chez l'enfant en croissance et lors de la réparation d'une fracture osseuse chez l'adulte, sa formation est rapide. Chez l'adulte, l'os tissé est progressivement remplacé par de l'os lamellaire grâce au remodelage osseux, le squelette devient alors mature. L'os tissé, dit « immature », est hautement, mais irrégulièrement, minéralisé et les fibres de collagène sont orientées aléatoirement (figure 1.25). Cette organisation désordonnée lui procure une rigidité plus faible que l'os lamellaire [86]. Au contraire, l'os lamellaire est constitué de fibres de

8. Les cristaux d'apatite possèdent un module d'Young entre 62.5 et 170 GPa alors que le collagène possède un module d'Young d'environ 1.5 GPa [81][43]



collagène parallèles (figure 1.26), bien que moins minéralisé que l'os tissé il possède une plus grande rigidité.

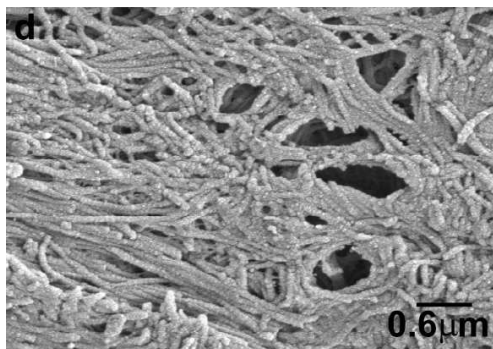


FIGURE 1.25 – Os tissé observé au microscope électronique à balayage [87].

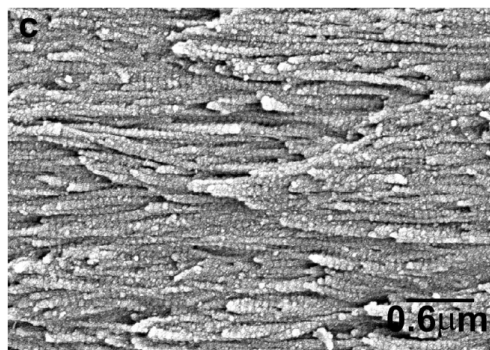


FIGURE 1.26 – Os lamellaire primaire observé au microscope électronique à balayage [87].

A l'échelle microscopique, l'observation de coupes d'os trabéculaire et cortical révèle des arrangements lamellaires bien différents, conséquences directes des processus de remodelage osseux différents. Dans l'os trabéculaire, l'os lamellaire s'organise en paquets mesurant entre 1 et 7 microns de largeur et qui dessinent une sorte de mosaïque (figure 1.27). Dans l'os cortical, le tissu lamellaire s'organise sous forme d'anneaux concentriques autour des ostéons (figure 1.28). La frontière entre deux lamelles est appelée ligne cémentante. Elle mesure environ 1 micron d'épaisseur, et elle est autant ou plus minéralisée que le tissu environnant [1][88], mais moins rigide [89]. Les frontières formées par les lignes (surfaces) cémentantes peuvent constituer, selon la taille d'une fissure, des barrières ou des guides qui dévient la propagation de cette fissure [90][91].

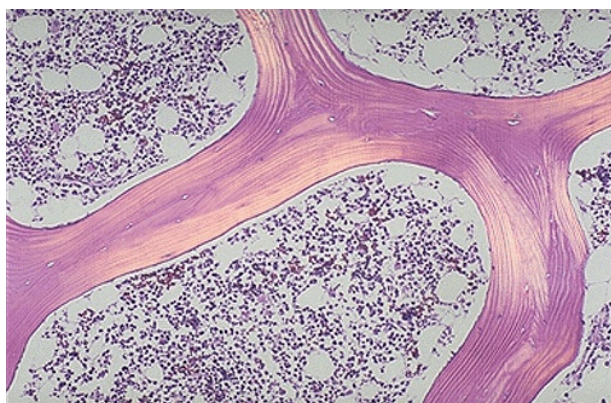


FIGURE 1.27 – Os lamellaire trabéculaire. Quelques lacunes ostéocytaires sont visibles (la largeur de l'image vaut environ 2mm) [92].

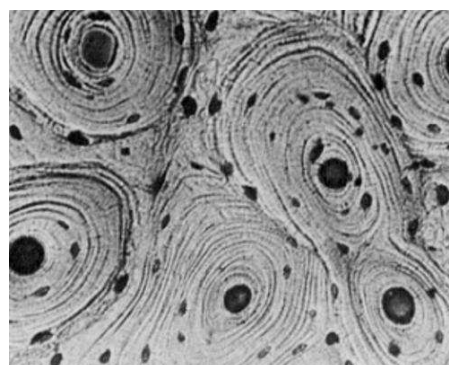


FIGURE 1.28 – Os lamellaire cortical. Les disques noirs les plus larges sont les canaux de Volkmann, les plus petits sont des lacunes ostéocytaires (la largeur de l'image vaut environ 1mm) [93].

En outre, le tissu osseux possède une microporosité (moins de 3% du volume du tissu) formée par

les lacunes ostéocytaires (espace ellipsoïdal où résident les ostéocytes d'environ 10 microns, figure 1.29) et les canalicules (petits canaux qui relient les ostéocytes et permettent leur approvisionnement) (figures 1.9, 1.28 et 1.27) [1]. Pour l'os cortical, la porosité formée par les canaux de Volkmann et Havers (permettant l'irrigation sanguine des os) s'ajoute à celle des lacunes (figures 1.2 et 1.28). Le tissu à l'extérieur des ostéons de l'os cortical est appelé tissu interstitiel.

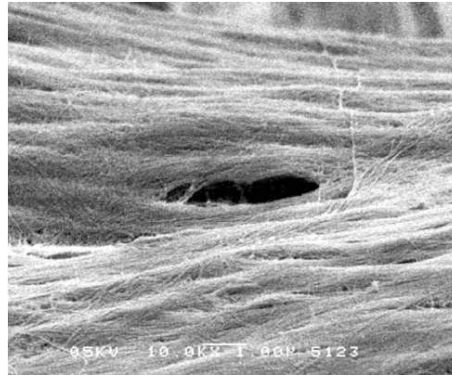


FIGURE 1.29 – Lacune ostéocytaire [81].

### *Macro-structure*

Comme dit précédemment, la densité minérale osseuse (proche d'une mesure de porosité) seule permet d'expliquer 60 à 70 % des variations des propriétés mécaniques des os (module d'Young et contrainte maximale)[41] et la prise en compte de paramètres architecturaux permet d'expliquer jusqu'à 90% de ces variations [61][94][48][95][96]. Les os trabéculaire et cortical étant constitués du même matériau de base, les propriétés mécaniques apparentes (ou macroscopiques) des deux types d'os résultent principalement de l'architecture macroscopique. L'architecture de l'os trabéculaire sera particulièrement étudiée car elle intéresse la suite de l'étude.

#### *a) Os cortical*

La rigidité en flexion de l'os cortical de forme tubulaire (diaphyse des os longs) dépend principalement du diamètre et de l'épaisseur de la couche corticale. L'élasticité apparente du tissu cortical dépend principalement de la porosité (typiquement entre 5 et 15%) [41][97].

#### *b) Os trabéculaire*

Le développement de l'imagerie 3D à des résolutions de l'ordre de 10-20 $\mu$ m (rayons X et résonance magnétique) permet aujourd'hui de calculer en 3D les paramètres structuraux (porosité, volume et surface du tissu osseux) et architecturaux (morphologiques et topologiques), précédemment calculés en 2D par analyses histologiques de coupes d'os. Ces 10 dernières années, des études *in vitro* ont corrélé avec un succès grandissant les paramètres mécaniques (souvent module d'Young et



contrainte maximale) à ces paramètres structuraux et architecturaux<sup>9</sup> : la **porosité** (ou **densité apparente**) [74][71][99], l'**anisotropie** ou la directivité architecturale définie par le **paramètre MIL** (Mean Intercept Length) [100][101][96], la **connectivité** du réseau trabéculaire [102][101][96][103], et la **forme caractéristique des travées en termes de barre ou plaque** estimée par l'**indice morphologique SMI** (Structure Model Index) [104][105][106]. La prise en compte de ces paramètres architecturaux, en complément de la mesure de densité minérale osseuse, améliore significativement la prédiction de l'élasticité et de la contrainte maximale (jusqu'à 90%). Cependant, une étude *in vitro* récente montre, pour la première fois, qu'il est possible de prédire à 90% le module d'Young de l'os trabéculaire vertébral, sans prendre en compte la densité minérale osseuse, en utilisant 3 paramètres architecturaux (espacement moyen entre les travées, le rapport d'aspect des travées de type barre et le volume relatif de tissu osseux occupé par les travées de type tige sur le volume de tissu osseux total) [107]. L'application *in vivo* du calcul des paramètres architecturaux permettrait un meilleur diagnostique de la résistance osseuse [108][109][110].

#### - Influence de la porosité

Sur la base de modèles de solides cellulaires idéaux, L.J. Gibson *et al.* ont étudié les relations entre la porosité (ou densité apparente), le type de structure et les paramètres mécaniques apparents (module d'Young apparent et contrainte maximale) de l'os trabéculaire en compression [74][71]. Les structures asymétriques à poutres et à plaques (figure 1.30, a) et b)) donnent un module d'Young dépendant de la densité apparente à la puissance 2 et 3, respectivement. Les modèles colonnaires (figure 1.30, c) et d)) donnent une dépendance en puissance 1. D'après les modèles solides cellulaires, ces lois impliquent que la déformation élastique est dominée par la flexion des travées [71]. Quant à la contrainte maximale, une loi en puissance 2 de la porosité, caractéristique du flambage des travées, est prédite pour tous les types de structure [71].

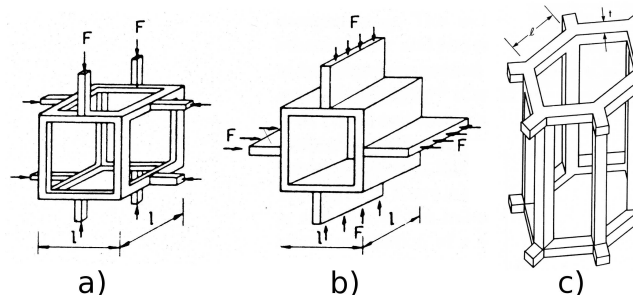


FIGURE 1.30 – Modèles idéalisés de l'os trabéculaire : a) modèle cubique asymétrique à poutres, b) modèle cubique asymétrique à plaques, c) modèle hexagonal colonnaire à poutres, d) modèle hexagonal colonnaire à plaques [74].

La structure de l'os trabéculaire, dont le chargement *in vivo* est multiaxial, est asymétrique. S'il est très poreux (porosité volumique supérieure à 85%), il peut être modélisé par une structure à

9. Pour des informations plus détaillées, consulter par exemple [98]

cellules ouvertes ou à poutres (figure 1.30, a)). S'il est plus dense (porosité volumique inférieure à 80%), il peut être modélisé par une structure à plaques (figure 1.30, b)). Dans le cas où le chargement *in vivo* est uniaxial (vertèbres par exemple), l'architecture trabéculaire est colonnaire à symétrie cylindrique. De même, en fonction de la porosité, l'architecture est de type poutres (figure 1.30, c)) ou plaques (figure 1.30, d)) [74].

Les expériences de compression uniaxiale montrent que le module d'Young apparent est fonction de la densité apparente (équivalente à la porosité) élevée à une puissance dépendant du site osseux, donc du type d'architecture trabéculaire [71][111][112][65][113][102]. Les données issues d'os humain et bovin à structure asymétrique suivent une loi avec une puissance entre 2 et 3 (figure 1.31). Ils reportent également que le module d'Young d'os trabéculaire humain à structure colonnaire (tibia et vertèbre) suit une loi en puissance entre 1 et 1.5 [74][111]. Des mesures beaucoup plus récentes (procurant des mesures plus précises) des paramètres mécaniques procurent une loi de puissance entre 1.5 (vertèbre et col du fémur) et 2.2 (grand trochanter du fémur) pour l'os trabéculaire humain [99]. En revanche, la contrainte maximale en compression d'os trabéculaire à structure asymétrique suit une loi en puissance 2 de la densité apparente [74][71]. Pour l'os trabéculaire humain à structure colonnaire (tibia), la contrainte maximale suit une loi en puissance 1 de la porosité surfacique [74].

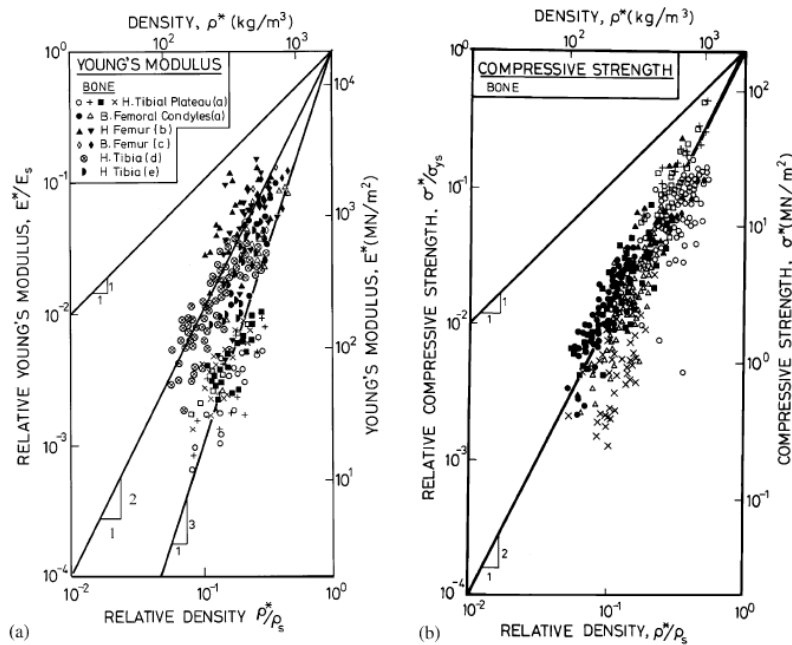


FIGURE 1.31 – (a) Module d'Young trabéculaire humain et bovin en fonction de la densité apparente relative (égale à la porosité car l'os est saturé d'air), (b) Contrainte maximale en compression en fonction de la densité apparente relative. Les axes sont normalisés par la valeur correspondant au tissu osseux ( $E_s = 12GPa$ ,  $\rho_s = 2000kg/m^3$  et  $\sigma_{ys} = 136MPa$ ) [71].

- *Influence de la morphologie des travées*

L'os trabéculaire est formé d'une structure cellulaire solide de tissu osseux. Les travées interconnectées ont une forme de poutre de rapport largeur sur longueur très variable. Les pores, remplis de moelle osseuse, sont connectés. La porosité ne donne pas d'information sur la morphologie des travées. La largeur des travées varie entre 100 et 500 microns et l'espacement entre les travées entre 0.4 et 1.5 mm [106][114][115][96].

L'indice SMI, mesure de morphologie des travées non-métrique, vaut entre 0 et 3 [116], 0 pour une structure à base de plaques et 3 pour une structure à base de barres. Certains sites osseux possèdent un SMI caractéristique comme la tête de fémur (SMI proche de 3) et la vertèbre lombaire (SMI proche de 0) (figures 1.32 et 1.33). Néanmoins un site osseux peut présenter les deux types de morphologie comme le calcanéum (os du talon) et la crête iliaque (figure 1.32)[106].

Le développement de l'imagerie 3D de la structure trabéculaire et son analyse permettent en particulier de distinguer les travées de types barre et plaque (figure 1.33) et de comparer la morphologie de ces deux types de travées entre deux échantillons trabéculaires. La variation de la morphologie des travées de type barre est particulièrement bien corrélée à l'élasticité apparente de l'os trabéculaire vertébral [107]. Des résultats récents suggèrent que la rigidité de l'architecture trabéculaire est principalement fournie par les travées en forme de plaques [117][105]. En outre, la contrainte maximale est bien corrélée au SMI dans l'os trabéculaire fémoral ovin [118] et l'os trabéculaire humain du calcanéum [119].

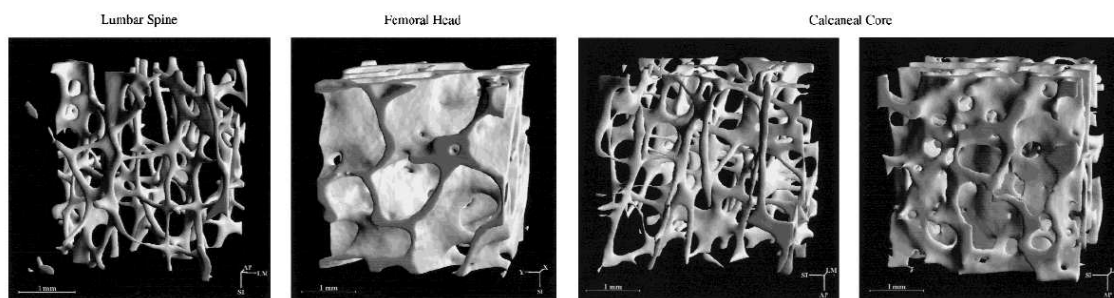


FIGURE 1.32 – Structures trabéculaires typiques à base de barres (vertèbre lombaire,  $SMI=2.5$ ) et à base de plaques (tête de fémur,  $SMI=0.16$ ). Les images de droite montre 2 zones du calcanéum possédant des SMI très différents (2.3 et 1.1). La largeur des échantillons cubiques vaut 4 mm [106].

D'autre part, des simulations numériques par éléments finis 3D, basées sur les travaux de Jensen *et al.* [120], ont montré que l'augmentation des disparités des diamètres des travées diminuait fortement la rigidité de la structure. En effet, augmenter le coefficient de variation du diamètre des travées de 25 à 55% provoque une réduction du module d'Young apparent de 43%, indépendamment de la porosité [121].

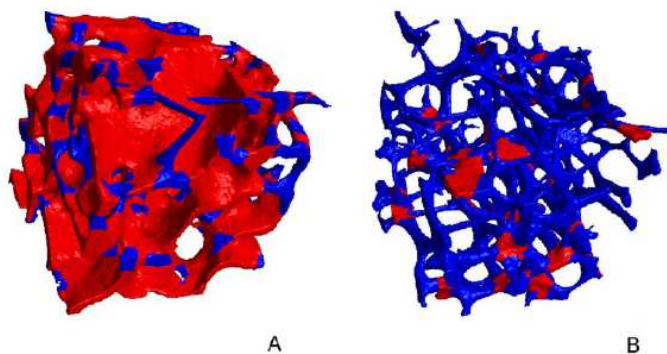


FIGURE 1.33 – Décomposition en barres (en bleu) et en plaques (en rouge) d'un échantillon trabéculaire fémoral (A), principalement constitué de plaques, et vertébral (B), principalement constitué de barres [114].

#### - Influence de l'anisotropie

Le paramètre MIL, littéralement Longueur Moyenne d'Interception en français, est calculé dans les 3 dimensions de l'espace à partir d'images 3D d'échantillons osseux. Il mesure l'orientation de la masse osseuse. Le résultat de cette analyse est souvent représenté par des ellipsoïdes [96]. Le MIL pour une direction donnée est obtenu en calculant le nombre d'interfaces moelle-tissu osseux le long d'une droite (ou de plusieurs droites parallèles) et en divisant la longueur du segment de droite par le nombre d'intersections [106]. Il vaut typiquement entre 0.1 et 0.4 mm dans une direction principale [122][75][123]. En outre, Odgaard *et al.* ont vérifié que l'anisotropie architecturale est très proche de l'anisotropie élastique [123]. Ainsi, il est possible de calculer le tenseur d'élasticité d'un échantillon trabéculaire à partir du MIL [94][124]. Le degré d'anisotropie peut être évalué en calculant le rapport entre le MIL minimum et le MIL maximum, il vaut en moyenne 1.6 dans l'os trabéculaire humain [122][75]. Cependant le MIL ne permet pas de discriminer le degré de connectivité entre les travées [125]. La corrélation entre le MIL et les propriétés mécaniques est faible mais sa prise en compte, en complément de la mesure de densité minérale osseuse, améliore significativement la prédiction du module élastique et de la contrainte maximale [96].

L'anisotropie du réseau trabéculaire est susceptible de jouer un rôle important dans le risque de fracture. En effet, des études montrent que l'épaisseur des travées, la connectivité et le MIL dans la tête de fémur entre un groupe d'individus ayant subi une fracture de la hanche et un groupe sans fracture n'étaient pas significativement différents, à porosité égale. Cependant, le groupe avec fracture de la hanche présentait une anisotropie plus forte dans le réseau trabéculaire mesurée par le MIL [126] ou par la mesure mécanique des modules d'Young dans les 3 directions [127].

Au cours du vieillissement, la perte de masse osseuse affecte principalement les travées les moins sollicitées par les efforts quotidiens. Aussi, les travées orientées dans les directions transverses aux lignes de force s'amincissent progressivement, parfois jusqu'à la perforation. La structure trabéculaire devient alors anisotrope et fortement fragilisée dans le cas d'un chargement transversal non-physiologique

(une chute par exemple). Ainsi, les vertèbres ostéoporotiques semblent adaptées aux chargements mécaniques quotidiens mais pas à des efforts dans des directions non-physiologiques [128].

Il existe en outre d'autres façons de mesurer l'anisotropie comme les méthodes volumiques nommées « Star Volume » et « Volume Orientation » [101].

#### *- Influence des paramètres de connectivité*

La connectivité est souvent définie à partir du nombre d'Euler souvent rapporté au volume de l'échantillon et vaut typiquement entre 1 et 13  $mm^{-3}$  dans l'os trabéculaire humain [101][102][129]. La corrélation entre la connectivité et les propriétés mécaniques est encore mal comprise. En effet, plusieurs études reportent une corrélation non significative entre la connectivité et le module d'Young d'os trabéculaire humain de différents sites osseux [102][129][75][119]. Néanmoins la connectivité est bien corrélée à la contrainte maximale dans l'os trabéculaire humain du calcanéum et des vertèbres [75][119][103][130]. La connectivité peut en outre se calculer de façons différentes, par exemple en termes de concavité (suggérant des travées connectées) et convexité (suggérant la forme de travées perforées) des travées [131]. Cette méthode donne une bonne corrélation entre la connectivité (estimée par le paramètre appelé « Trabecular Bone Pattern Factor ») et les paramètres mécaniques de l'os trabéculaire vertébral porcin [132]. La dimension fractale est une autre façon de mesurer la complexité structurale de l'architecture trabéculaire [129][133][75].

La modélisation 2D en éléments finis de l'os vertébral par une structure cellulaire montre que, pour une perte de masse osseuse donnée (10% par exemple), la perte de connectivité (en supprimant aléatoirement des travées) affecte plus gravement la contrainte maximale et le module d'Young en compression que la réduction uniforme du diamètre des travées. En effet, la suppression aléatoire de travées induit une baisse de 70% de la contrainte maximale alors que la réduction du diamètre des travées provoque une diminution de 20% [134]. Ce phénomène a été confirmé plus tard par une étude 3D [135].

Enfin, l'étude de l'architecture trabéculaire d'os iliaque issu de biopsie chez des sujets avec et sans fracture vertébrale a montré tout d'abord que la porosité n'était pas significativement différente et surtout qu'une étude tridimensionnelle était nécessaire pour mettre en évidence une meilleur connectivité du réseau trabéculaire chez les individus n'ayant pas développé de fracture vertébrale [136][137].

#### *- Caractérisation localisée de la micro-architecture - Initiation des fractures trabéculaires*

Le développement de l'imagerie 3D et l'analyse des paramètres architecturaux calculés à partir de ces images permet aujourd'hui des analyses localisées. Ces techniques ont permis de montrer que la plupart des paramètres architecturaux trabéculaires des vertèbres étaient inhomogènes (figure 1.34). Il est possible par exemple de détecter la zone la plus poreuse d'un échantillon trabéculaire. En effet, la porosité locale des zones trabéculaires les plus poreuses prédit mieux la contrainte maximale que la porosité globale de l'os trabéculaire de la tête fémorale [104][138]. Il est donc possible de détecter des

zones de faiblesse mécanique, des études montrent en particulier que la région où la rupture s'initie correspond très souvent à la zone possédant la porosité la plus faible dans l'os trabéculaire de tête fémoral [138].

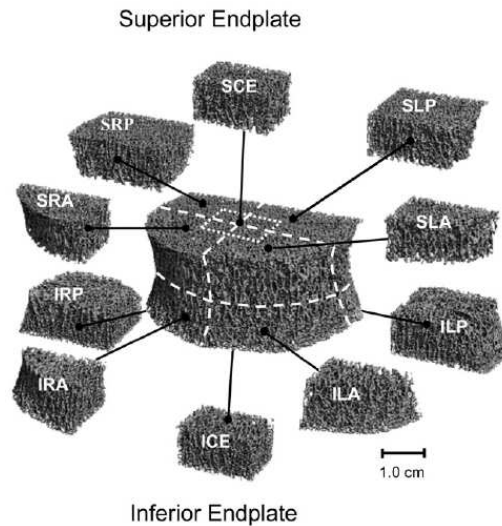


FIGURE 1.34 – Illustration de l'analyse régionale des paramètres architecturaux trabéculaires d'une vertèbre [130].

Le développement récent de l'analyse de rupture guidée par imagerie (IGFA, *Image-Guided Failure Assessment*) consistant à coupler un appareil d'imagerie 3D synchrotron et une machine de micro-compression (IMCD, *In Situ Mechanical Compression Device*) permet de réaliser, par palier de déformation, une image 3D d'un échantillon trabéculaire de dimensions inférieures à 4 mm avec une résolution de 7 micromètres [139][140]. Il est alors possible de détecter les premières fissurations de travées pour déterminer la région où la rupture s'initie et de mesurer les paramètres architecturaux régionaux pour constater si cette zone présentait une faiblesse mécanique. En particulier, pour 76% de 25 échantillons trabéculaires testés, la région où la rupture s'initie est la région de l'échantillon possédant la porosité minimale, la valeur propre du tenseur de SMI (*fabric tensor* en anglais) maximale et la densité de connectivité minimale. Mais la porosité minimale est le meilleur prédicteur de la zone où la rupture commence [141].

#### 1.1.2.4 Élasticité du tissu osseux

Compte tenu de la structure composite de l'os, il faut distinguer les **techniques de mesure locales** des **techniques de mesure globales** de l'élasticité. Les méthodes de mesure locales permettent de mesurer l'élasticité du tissu avec une résolution de l'ordre de 1  $\mu\text{m}$ , inférieure aux dimensions des lamelles. Ces techniques, principalement la nano-indentation<sup>10</sup> et la microscopie acous-

10. Cette technique permet de mesurer le module élastique local et la dureté locale avec une résolution spatiale d'environ 1  $\mu\text{m}$  en exerçant une force (quelques milli-Newton) grâce à une pointe et en mesurant le déplacement de la surface (environ 500 nm) [142].



tique<sup>11</sup>, sont capables de mesurer l'élasticité du tissu indépendamment de l'architecture microscopique de l'os (agencement spatial des lamelles). En revanche, les techniques de mesure globale utilisent des échantillons osseux dont les dimensions sont supérieures aux structures lamellaires. Ces mesures fournissent l'élasticité du tissu osseux affectée par la micro-architecture : calcul par méthode inverse du module élastique en couplant un essai quasi-statique (micro-flexion de travée ou compression d'un échantillon cubique trabéculaire) et une modélisation éléments finis, découpe d'éprouvette d'os cortical de quelques millimètres pour essai quasi-statique (flexion ou traction), mesure de vitesses ultrasonores.

*a) Élasticité du tissu osseux mesurée par méthodes locales*

Le module d'Young du tissu osseux humain hydraté (cortical et trabéculaire), mesuré par nano-indentation et reporté ces 10 dernières années dans la littérature, varie entre 5 et 25 GPa [146][1][147][77][148][142]. Le module d'Young mesuré par microscopie acoustique à 200 MHz (résolution spatiale de 8  $\mu$ m) varie de 15 à 75 GPa [144][143][145][149][150] (figures 1.35 et 1.36).

L'élasticité locale du tissu osseux dépend principalement de son degré de minéralisation [152][153][143][154] et de la teneur en eau<sup>12</sup>. L'élasticité locale de l'os trabéculaire de porc nouveau-né, mesurée par nano-indentation, est bien corrélée au degré de minéralisation ( $r=0.42$  à  $0.98$ ) [156][154]. Par contre, l'élasticité locale de l'os cortical chez l'humain âgé, mesurée par microscopie acoustique, montre une corrélation moyenne ( $r^2=31\%$ ) avec le degré de minéralisation [143]. Par ailleurs, la déshydratation du tissu osseux augmente sa rigidité (module d'Young) d'environ 20% [157][147][146]. Aussi les techniques d'imagerie du degré de minéralisation permettent de visualiser les variations d'élasticité.

Le degré de minéralisation est mesuré, soit par la densité minérale osseuse en grammes de sub-

11. La microscopie acoustique permet d'imager la réflectivité ou l'impédance acoustique d'une surface avec une résolution spatiale atteignant quelques micromètres pour une fréquence de plusieurs centaines de méga-Hertz (typiquement 4  $\mu$ m à 400 MHz) [143][144]. D'autres types de microscopes fonctionnent en transmission permettant de mesurer vitesse et atténuation ultrasonores. Néanmoins cette modalité est limitée à l'analyse d'échantillons d'épaisseur très fine compte tenu de l'atténuation ultrasonore très élevée à ces fréquences [144]. Pour une onde plane, un milieu homogène et de grande dimension comparée à la longueur d'onde, l'impédance acoustique  $Z_{ac}$  est définie comme le produit de la masse volumique  $\rho$  par la vitesse de propagation acoustique  $c_{ac}$ , elle-même définie comme  $\sqrt{K/\rho}$ . Aussi l'impédance acoustique s'exprime comme  $\sqrt{\rho K}$ , où  $K$  est le module de compression proportionnel au module d'Young  $E$  par la relation  $K = \frac{E(1-\nu)}{(1+\nu)(1-2\nu)}$ . La microscopie acoustique en réflexion fournit ainsi une mesure du produit entre densité et élasticité, elle constitue en cela une modalité d'imagerie différente des autres modalités d'imagerie surfacique, apportant des informations supplémentaires [145]. Une imagerie complémentaire de densité aux rayons X permet de remonter à la valeur du paramètre d'élasticité.

12. La température influence également l'élasticité du tissu osseux. Lorsque la température passe de 20°C à 37°C, le module d'Young mesuré en compression sur de l'os trabéculaire bovin a montré une réduction de 7% [155]. Les paramètres caractérisant la zone plastique ont également montré des diminutions significatives.

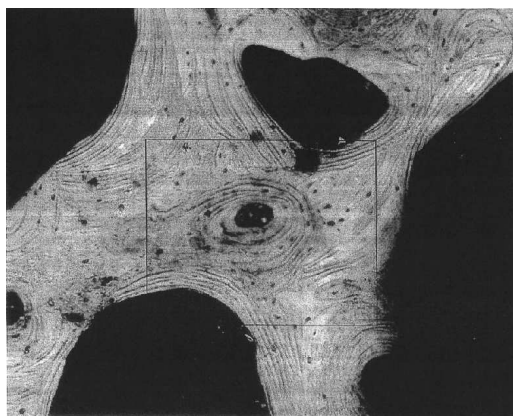


FIGURE 1.35 – Microradiographie d'os trabéculaire fémoral humain obtenue par microscopie acoustique à 400 MHz, la résolution spatiale vaut  $2,5 \mu\text{m}$ . Les lignes suivant les bords des travées sont les fronts de minéralisation successifs ou lignes cimentantes du remodelage osseux. La largeur de l'image vaut 1 mm [149].

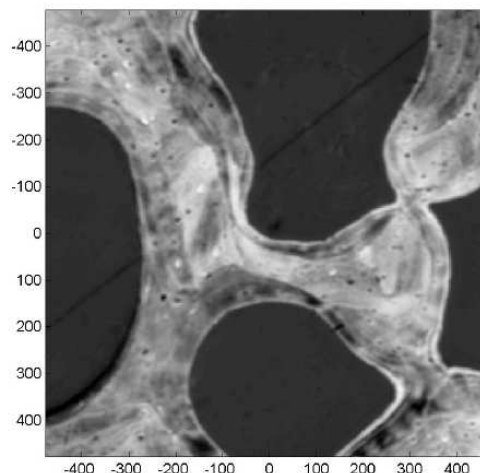


FIGURE 1.36 – Image obtenue par microscopie acoustique à 200 MHz d'une biopsie d'os trabéculaire de crête iliaque sain. Les chiffres sur les axes indiquent la distance en micromètres. L'impédance acoustique mesurée vaut entre 2 et 10 MRayl [151].

stance minérale par  $\text{cm}^3$  (méthode par absorption de rayons X), soit en milli-gramme de Calcium par gramme de tissu dégraissé (méthode colorimétrique [158]), soit par analyse quantitative d'électrons rétrodiffusés [153]. Chez l'adulte, le degré de minéralisation dépend de l'âge du tissu, directement lié à la fréquence d'activation des unités de remodelage [159][153]. Plus la fréquence de remodelage est faible, plus la phase de minéralisation est longue et plus le tissu est rigide (module d'Young élevé) mais moins tenace (voir partie plasticité-ténacité), en particulier moins résistant aux chocs [160]. De plus, cette fréquence peut varier au sein même d'un site osseux, par exemple elle peut varier d'un facteur 6 dans l'os cortical de la crête iliaque [6]. De fait, pour l'os trabéculaire, le module élastique mesuré par nano-indentation dans le radius distal (14 GPa) est supérieur à celui dans le col du fémur (10 GPa), lui-même supérieur à celui dans la cinquième vertèbre lombaire (bas du dos) (8 GPa) car le remodelage osseux est plus fréquent dans le tissu trabéculaire vertébral [142].

On observe des variations locales importantes du degré de minéralisation à cause du remodelage osseux permanent, certaines zones subissent un remodelage alors que d'autres peuvent atteindre l'âge de 20 ans (figures 1.37 et 1.38). Il peut varier du simple au double suivant l'âge du tissu ( $0,7$  à  $1,4 \text{ g/cm}^3$  chez l'adulte [161]) et montre typiquement une distribution gaussienne des valeurs [153].

L'élasticité du tissu osseux est déterminée, en partie, par la quantité (degré de minéralisation) et probablement par la qualité (taille des cristaux) de matière minérale. Augmenter la taille des cristaux peut avoir un effet positif, négatif ou négligeable sur les propriétés mécaniques des os [82]. Certains auteurs avancent qu'une large distribution de tailles de cristaux doit conférer une résistance osseuse optimale [82]. Des études ont montré que la taille des cristaux d'hydroxyapatite dans le tissu osseux



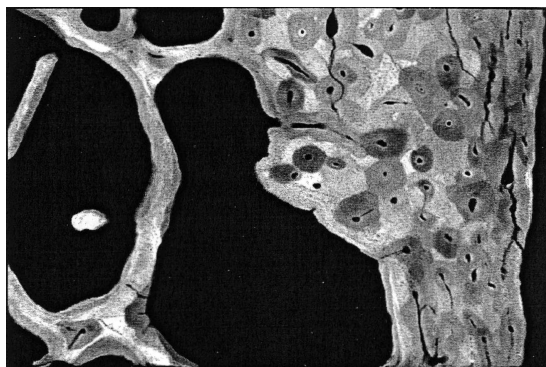


FIGURE 1.37 – Microradiographie illustrant la diversité des degrés de minéralisation du tissu osseux iliaque chez une femme de 48 ans (blanc correspond au contenu minéral maximum), on remarque que les zones les moins minéralisées sont les ostéons où l'âge du tissu est plus faible car le remodelage y est fréquent [161].

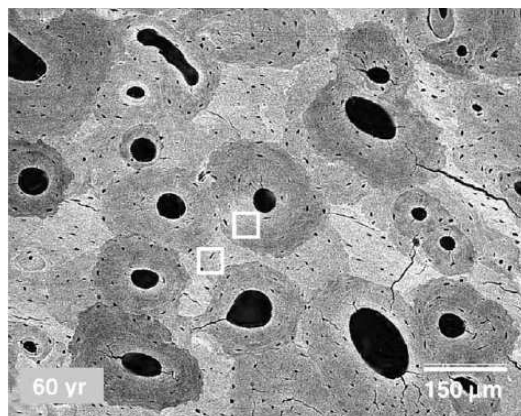


FIGURE 1.38 – Image obtenue au microscope électronique à balayage (électrons rétrodiffusés) montrant la variation spatiale du degré de minéralisation d'une coupe d'os cortical fémoral humain. Les zones les plus foncées ont le contenu minéral le plus faible [162].

ostéoporotique ne différerait pas de celle dans un tissu osseux sain [83]. Cependant, une étude récente montre que la taille moyenne des cristaux montre une corrélation positive significative avec le module d'Young du tissu cortical humain, mais les mécanismes sous-jacents sont inconnus [80]. Finalement, la relation entre l'élasticité du tissu et sa minéralisation est aujourd'hui mal compris.

#### *b) Élasticité du tissu osseux mesurée par méthodes globales*

Les techniques de mesure globales donnent un module d'Young entre 10 et 20 GPa, celui du tissu osseux trabéculaire est environ 20% inférieur à celui du tissu cortical. Les méthodes les plus courantes de mesure du module d'Young cortical sont les essais de traction et de flexion sur des petites éprouvettes dont la plus petite dimension mesure de quelques millimètres à moins d'un millimètre [163][158][164].

La mesure des vitesses des ondes ultrasonores de compression et de cisaillement permet d'obtenir le module d'Young et le module de cisaillement. La fréquence des ultrasons est typiquement dans la gamme 200kHz-2MHz. Cette méthode est dite globale car la longueur d'onde dans le tissu osseux (typiquement entre 2 et 20 mm pour les ondes de compression) est bien supérieure aux dimensions typiques des structures lamellaires. Dans ce cas, le tissu est vu par l'onde ultrasonore comme un milieu homogénéisé. La vitesse ultrasonore des ondes de compression dans le tissu osseux à l'échelle des lamelles peut néanmoins être mesurée par microscopie acoustique, elle atteint 5300 m/s dans le tissu interstitiel du radius humain [144]. En revanche, la propagation ultrasonore basse-fréquence (200kHz-2MHz) est perturbée par la macro-structure de l'os, par conséquent les vitesses mesurées sont

toujours inférieures à celles mesurées par microscopie acoustique. La porosité affecte particulièrement la vitesse de propagation des ondes de compression, on mesure typiquement 4200 m/s dans l'os cortical de très faible porosité (5%), et 3900 m/s dans l'os cortical à 15% de porosité [165][166][167][168]. La déduction des constantes élastiques requiert la connaissance précise de la densité que beaucoup d'études supposent constante [169], limitant ainsi la précision de la mesure. En outre, ces méthodes donnent souvent un module d'Young supérieur à celui mesuré par essais quasi-statiques (supérieur à 20 GPa dans la direction longitudinale), probablement à cause des effets viscoélastiques [170][169]. Pour l'os trabéculaire humain avec moelle ou saturé en eau, la vitesse de propagation des ondes de compression ultrasonores basse-fréquence vaut entre 1500 et 3000 m/s<sup>13</sup>. Il est difficile de déduire le module élastique du tissu à partir de la vitesse ultrasonore car la longueur du chemin de propagation est délicate à calculer compte tenu de la complexité de la structure. Néanmoins, dans le cas où la structure trabéculaire est très orientée comme pour les vertèbres dans la direction inféro-supérieure, certains expérimentateurs ont fait l'hypothèse d'une propagation de type barre (longueur d'onde  $\gg$  section de la barre) pour approcher l'élasticité du tissu [111]. Cette méthode donne un module d'Young d'environ 10 GPa, sous-estimant très probablement la vraie valeur car la distance de propagation utilisée est l'épaisseur de l'échantillon [111]. Cette distance est nécessairement plus longue puisque les travées ne sont pas parfaitement rectilignes. Cette méthode a aussi été appliquée sur des travées individuelles donnant un module d'Young d'environ 15 GPa [170]. Néanmoins, une méthode récente couplant la mesure de vitesse ultrasonore et la micro-tomographie 3D à rayons X permet aussi d'obtenir le module d'Young d'une travée sélectionnée [173]. Le module d'Young obtenu varie entre 10 et 35 GPa.

L'élasticité du tissu trabéculaire peut également être évaluée par un protocole en deux étapes : la mesure du module d'Young macroscopique d'un échantillon d'os trabéculaire lors d'une compression quasi-statique puis la modélisation numérique en éléments finis de l'essai de compression uniaxiale à partir d'une image tridimensionnelle haute-résolution de l'échantillon trabéculaire [174][175]. Ainsi, le module d'Young du tissu osseux est obtenu lorsque le module d'Young macroscopique de l'échantillon, calculé par la modélisation en éléments finis, est égal à celui mesuré pendant l'essai quasi-statique. Les résultats récents fournissent un module d'Young du tissu osseux trabéculaire autour de 18 GPa [97][176]. L'estimation de l'élasticité du tissu est néanmoins très dépendante de la précision du test de compression quasi-statique. En particulier, la mesure de déformation de l'échantillon sur les plateaux de la machine de compression surestime la déformation car le contact est imparfait aux extrémités de l'échantillon compte tenu de la complexité de la structure trabéculaire. Le moulage de capuchons en résine plastique aux extrémités de l'échantillon permet d'obtenir 2 faces parfaitement parallèle et

---

13. Pour une direction de propagation normale à la direction principale du réseau trabéculaire, la vitesse de propagation ultrasonore vaut entre 1500 et 2000 m/s en fonction de la porosité [171]. Pour une propagation dans l'axe principal du réseau trabéculaire, la vitesse de propagation ultrasonore est plus élevée, elle peut approcher 3000 m/s pour une porosité trabéculaire faible (70%) [172].

l'utilisation d'un extensomètre à couteaux directement positionné sur l'échantillon améliore la mesure de la déformation [176][177].

En outre, les essais de micro-traction et micro-compression sur une travée individuelle isolée donnent un module d'Young plus faible, entre 1 et 10 GPa [178][170][179]. Des essais de micro-flexion 3 points sur des travées individuelles et des éprouvettes d'os cortical de mêmes dimensions (petite dimension entre 0.1 et 1 mm) ont donné des modules d'Young autour de 5 GPa [180]. Les auteurs suggèrent que l'influence de la micro-architecture et de la micro-porosité, exprimée par le rapport surface sur volume de l'échantillon, augmente lorsque la taille de l'échantillon diminue. En outre, la combinaison de l'essai de micro-flexion et d'une modélisation éléments finis permet de réduire les artéfacts dus aux très petites dimensions et aux géométries irrégulières d'une travée. Cette technique fournit un module d'Young entre 1 et 9 GPa [181][98]. D'autre part, des essais de micro-traction sur des travées individuelles ont donné des modules d'Young de 10 GPa en moyenne et 18.6 GPa dans des éprouvettes d'os cortical de même taille que les travées [170]. Enfin, Ascenzi *et al.* ont réalisé des essais mécaniques sur des ostéons isolés fournissant des modules d'Young différents : 12 GPa en traction, 6 GPa en compression et 2 GPa en flexion [182]. Ces essais micro-mécaniques quasi-statiques sur des échantillons mesurant moins d'un millimètre dans une dimension sont sensibles à la micro-architecture qui semble s'exprimer différemment en fonction du type d'essai mécanique.

La relation entre les mesures d'élasticité avec des techniques locales et globales a été peu étudiée et seulement dans l'os cortical déshydraté [163][162][183]. Les modules élastiques mesurés par nano-indentation et par traction sur des petites éprouvettes cylindriques de 300  $\mu\text{m}$  de diamètre sont proches [163]. Les modules élastiques mesurés par nano-indentation et par flexion sur des échantillons de section 6x2mm sont bien corrélés mais la nano-indentation donne des valeurs supérieures (14 GPa en flexion et 22 GPa en nano-indentation) [162].

### *c) Influence de l'hétérogénéité de l'élasticité du tissu osseux sur l'élasticité apparente*

Comme précédemment expliqué, les remodelages osseux successifs façonnent le tissu osseux en structures microscopiques, semblables à des strates, nommées lamelles. Ces lamelles d'épaisseur entre 1 et 7 microns s'organisent différemment dans le tissu cortical et le tissu trabéculaire. Les lamelles s'organisent autour des ostéons dans l'os cortical (figure 1.28) et dans la direction longitudinale des travées dans l'os trabéculaire (figure 1.27). De plus, le module élastique des lamelles corticales d'un ostéon diminue progressivement de la lamelle de diamètre le plus faible à celle de diamètre le plus grand [184]. Ces arrangements lamellaires différents sont suspectés d'influencer de façon différente les propriétés mécaniques apparentes des os cortical et trabéculaire [1].

Des études sur l'hétérogénéité de la densité minérale du tissu trabéculaire par biopsie sur la crête iliaque ont été menées sur des individus présentant des fractures vertébrales et des individus du même âge sans fracture. Elles montrent que les individus présentant des fractures vertébrales possédaient des

variations de la densité minérale du tissu osseux plus importante [185]. Ces fortes hétérogénéités, provenant certainement d'un dysfonctionnement du remodelage osseux, constituent probablement des sites de résistance mécanique faible. Ces résultats vont à l'encontre de l'argument théorique disant que la présence d'hétérogénéité dans un matériau gêne la propagation des micro-fissures et donc la formation d'une macro-fissure [39] (voir chapitre sur la ténacité).

Du reste, des études éléments finis 3D d'échantillons trabéculaires ont montré qu'une variance spatiale trop importante du module élastique local du tissu peut détériorer significativement les propriétés mécaniques apparentes [186]. Un coefficient de variation entre 20 et 50% du module élastique du tissu osseux diminue de 7 à 24% le module élastique apparent, comparé au cas où l'élasticité du tissu est uniforme [187]. De plus, pour une compression jusqu'à la limite élastique, la proportion de tissu ayant dépassé la limite élastique peut considérablement augmenter, comparé au cas où l'élasticité du tissu est uniforme [187].

*d) L'élasticité du tissu trabéculaire est-elle différente de celle du tissu cortical ?*

Les mesures de l'élasticité des tissus osseux trabéculaire et cortical ont longtemps procuré un module élastique cortical supérieur (jusqu'à un ordre de grandeur de différence) [188]. Cependant, les précautions expérimentales (hydratation, anisotropie, artéfacts dus à la petite taille d'une travée et aux géométries irrégulières) et les techniques de mesure plus précises conduisent au consensus que le module élastique trabéculaire est légèrement inférieur au cortical (environ 10-20 %)[189][97]. Cette différence est probablement due à l'activité du remodelage plus intense (fraction de tissu en remodelage plus importante) dans l'os trabéculaire ou à l'expression à l'échelle macroscopique des différentes architectures lamellaires à l'échelle microscopique [1]. En particulier, les lignes cémentantes (interfaces entre les lamelles de composition différente et moins rigides que le tissu environnant) sont suspectées d'influencer l'élasticité apparente des os [1][89].

*e) Anisotropie de l'élasticité du tissu osseux*

Compte tenu de l'orientation des fibres de collagène du tissu osseux (micro-structure) en lamelles de 3 à 7 micromètres pour l'os trabéculaire [77] et en couches concentriques créées par le remodelage des ostéons dans l'axe des os longs, l'élasticité locale du tissu osseux est anisotrope. Le tissu osseux est plus rigide dans la direction longitudinale (direction principale de l'orientation des lamelles) que dans les directions radiale et transverse pour l'os cortical et trabéculaire. En effet, l'os cortical est souvent modélisé comme un solide orthotrope [190][191], ou au moins isotrope transverse. Le module élastique de l'os cortical humain hydraté mesuré par nano-indentation, microscopie acoustique, vitesse de propagation ultrasonore et essai de traction sur des éprouvettes de quelques millimètres vaut entre 10 et 15 GPa dans les directions transverse et radiale et entre 17 et 22 GPa dans la direction longitudinale des lamelles <sup>14</sup> [182][192][169][164]. Des valeurs similaires légèrement inférieures ont été

---

14. La direction longitudinale des lamelles dans l'os cortical d'une diaphyse d'os long correspond

mesurées pour l'os trabéculaire humain hydraté [189][170][193].

### 1.1.2.5 Plasticité

La plasticité d'un matériau est son comportement au delà de la zone élastique dans la relation contrainte-déformation. La plasticité est caractérisée en menant un essai quasi-statique jusqu'à la rupture afin de mesurer six paramètres : la contrainte à la limite élastique et la déformation associée, la contrainte maximale et la déformation associée, la déformation à la rupture, et la densité d'énergie absorbée jusqu'à la rupture (en  $\text{J/m}^3$ ) ou travail normalisé par l'aire de la section de l'échantillon (en  $\text{J/m}^2$  ou  $\text{N/m}$ ). La densité d'énergie absorbée jusqu'à la rupture est représentée par l'aire sous la courbe contrainte-déformation. Elle caractérise l'aptitude du matériau à absorber de l'énergie de déformation avant la rupture.

Le dépassement de la zone élastique induit une déformation irréversible (dite permanente ou résiduelle), souvent associée à un endommagement du matériau<sup>15</sup>. Pour un matériau homogène non-poreux, lorsque la contrainte n'atteint pas la contrainte maximale, la déformation permanente est infligée de manière homogène à tout le volume de l'échantillon. Cependant, au delà de la déformation à la contrainte maximale, la déformation et l'endommagement associé se développent dans une région préférentielle de l'échantillon jusqu'à la rupture. Cette région est souvent visible pendant un essai de traction sous forme de zone de striction (réduction progressive de la section). Dans le cas d'un matériau très poreux comme l'os trabéculaire, les déformations maximales à l'échelle du tissu sont toujours supérieures à la déformation apparente, à cause des concentrations de contraintes induites par la complexité et l'inhomogénéité de l'architecture trabéculaire. En effet, une déformation résiduelle a été mesurée dans l'os trabéculaire humain après une déformation en compression inférieure à 0.3%, donc inférieure à la déformation à la limite élastique apparente [194].

On distingue deux grands types de comportements plastique : le comportement à rupture fragile et le comportement à rupture ductile. Le comportement fragile (verre ou PMMA par exemple) est caractérisé par une zone plastique presque inexistante, le matériau casse dès qu'il dépasse sa limite élastique. Le comportement ductile (aciers au carbone traités et alliages d'aluminium par exemple) est caractéristique des matériaux pouvant supporter de grandes déformations, la relation contrainte-déformation est non-linéaire et s'étend largement au delà de la déformation à la limite élastique. Le comportement plastique de l'os est plutôt ductile.

#### *Plasticité à l'échelle du tissu osseux*

Les propriétés plastiques n'ont pas encore pu être mesurées à l'échelle du tissu osseux, mais seulement

---

à la direction principale de l'os.

15. Le dépassement de la zone élastique est aussi utilisé pour modifier l'architecture granulaire des métaux afin de modifier les propriétés de la zone élastique (écrouissage).

sur des échantillons de quelques millimètres d'os cortical ou trabéculaire. La mesure des propriétés plastiques d'une travée seule est aujourd'hui encore bien délicate. Par conséquent, les modélisations par éléments finis du comportement de l'os trabéculaire au-delà de la limite élastique supposent que le tissu osseux possède la même loi de comportement que l'os cortical [176]. Les résultats obtenus sont en accord avec les constats expérimentaux, comme par exemple l'augmentation de l'asymétrie compression/traction de la contrainte à la limite élastique avec l'augmentation de la densité apparente [68], donnant ainsi du crédit à cette hypothèse [62][99][70][97][68].

#### *Influence du collagène et de la teneur en eau*

La relation contrainte-déformation au delà de la limite élastique dépend des propriétés du collagène et de la teneur en eau. En effet, la teneur en eau influence la contrainte maximale et le travail jusqu'à rupture [195][196]. En particulier, diminuer la teneur en eau réduit le travail à la rupture [196].

Contrairement au module élastique, la densité d'énergie emmagasinée jusqu'à la rupture, la contrainte maximale et la contrainte à la limite élastique sont bien corrélées avec les propriétés du collagène (température de contraction et densité de liens entre les fibres de collagène) [195][197][198][199][200][59][201]. La majorité des études sur l'influence des propriétés du collagène sur les propriétés mécaniques osseuses ont été menées sur l'os cortical. En effet, les propriétés du collagène sont suspectées d'être bien moins importantes que les propriétés architecturales dans l'os trabéculaire [198]. En outre, même si certaines tendances se dégagent dans les relations entre les propriétés du collagène et les propriétés mécaniques osseuses, J.D. Currey met en garde sur la complexité du problème [198]. Comme l'os est un matériau composite, l'étude de l'influence de chacun de ses constituants (minéraux, collagène, phase organique non-collagénique et eau) sur les propriétés mécaniques des os est très complexe, la synergie entre tous ces composants est aujourd'hui mal connue [198][202][195].

#### *Asymétrie traction-compression de la contrainte à la limite élastique*

Certains matériaux solides cellulaires possèdent une contrainte à la limite élastique en compression supérieure à celle en traction. Une étude 2D en éléments finis a montré que l'asymétrie traction-compression de la contrainte à la limite élastique des matériaux cellulaires pouvait être obtenue si deux conditions étaient réalisées : le matériau lui-même possède une asymétrie traction-compression de la contrainte à la limite élastique et les travées sont soumises à des efforts uniaxiaux et de flexion [203].

### **1.1.2.6 Ténacité**

La ténacité est l'aptitude à résister à la propagation d'une fissure, elle quantifie la résistance résiduelle d'une pièce endommagée. En effet, la capacité d'un matériau à limiter la propagation d'une fissure dépend à la fois de son aptitude à résister à l'amorçage de la fissure et de sa capacité à faire



propager la fissure de façon stable (lentement et progressivement). Lorsque la propagation de la fissure devient instable, il y a rupture brutale. Plusieurs expériences permettent de mesurer la ténacité : essai de propagation de fissure (flexion ou traction quasi-statique d'un échantillon entaillé de géométrie standardisée, voir figure 1.39) et essai de résilience (résistance à un impact sur un échantillon avec ou sans encoche) [204][205].

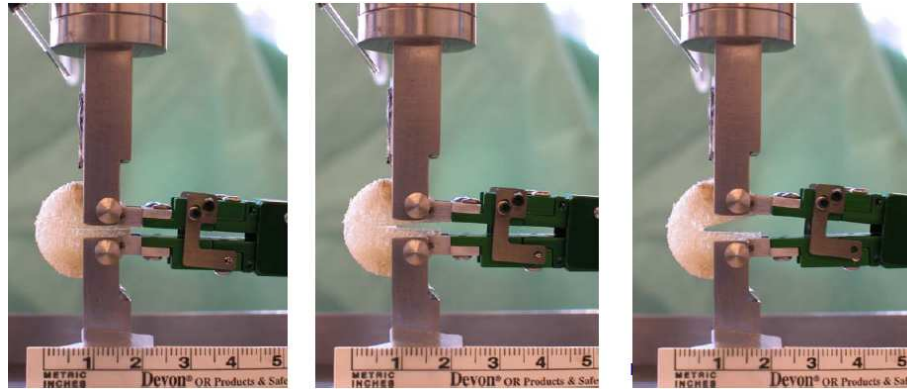


FIGURE 1.39 – Mesure de ténacité en mode I (ouverture de fissure en traction) sur un échantillon d'os trabéculaire [206]

Dans l'hypothèse de la mécanique élastique linéaire de la rupture, deux approches sont possibles : l'approche énergétique et l'approche en terme de contrainte. L'approche en contrainte est néanmoins souvent préférée. La propagation d'une fissure est contrôlée par le facteur d'intensité des contraintes, noté  $K$  (homogène à la contrainte multipliée par la racine carrée de la longueur de la fissure,  $\text{Pa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ), qui dépend de la géométrie de la pièce, de la forme de la fissure (ou entaille) et du chargement appliqué<sup>16</sup>. La fissure se propage brutalement et cause la rupture si le paramètre  $K$  dépasse une valeur appelée facteur d'intensité critique en contrainte, noté  $K_c$ . La ténacité d'un matériau est la valeur de ce paramètre en mode « ouverture de fissure » dit mode I pour un échantillon d'épaisseur suffisante [204]. Pour un matériau anisotrope, la ténacité dépend de la direction de la découpe de l'échantillon. L'hypothèse de la mécanique élastique linéaire de la rupture prédit des contraintes infinies au front de fissure, ce qui n'est pas réel. Pour les matériaux ductiles, cette hypothèse ne peut pas être maintenue, il faut tenir compte de la plasticité en déterminant l'importance de la zone plastique. Lorsque le mécanisme de rupture est considéré élasto-plastique, le paramètre couramment mesuré est l'intégrale de Rice notée  $J$  (exprimée en  $\text{J}/\text{m}^2$  ou  $\text{N}/\text{m}$  ou  $\text{Pa}\cdot\text{m}$ ), elle quantifie l'énergie de déformation élastique et plastique<sup>17</sup> [207][208][209][210][211]. Une étude récente sur de l'os cortical bovin montre que la mesure de l'intégrale  $J$  est plus pertinente que la mesure de  $K_c$  car l'énergie mise en jeu dans la

16. Le facteur d'intensité en énergie, exprimé en  $\text{J}/\text{m}^2$  ou  $\text{N}/\text{m}$ , est relié à  $K$  par le module d'Young  $E$ ,  $G = K^2/E$  en état de contraintes planes et  $G = K^2/E(1 - \nu^2)$  en état de déformations planes

17. Lorsque la plasticité est suffisamment confinée,  $J = G$

déformation plastique est environ 4 fois supérieure à l'énergie élastique, comme il a été constaté pour les matériaux composites renforcés par fibres [207][212]. Pour l'os cortical humain,  $K_c$  vaut entre 1 et 10 MPa.m<sup>1/2</sup><sup>18</sup> et l'intégrale  $J$  vaut autour de 1 kJ/m<sup>2</sup> [197][210][213]. La résilience de l'os cortical sur un échantillon sans entaille<sup>19</sup> (résistance à un impact) vaut entre 5 et 50 kJ/m<sup>2</sup><sup>20</sup> [215][209]. Il existe très peu d'études de la ténacité de l'os trabéculaire, elle vaut environ 0.5 MPa.m<sup>1/2</sup> [206]. Les mesures de ténacité sont des mesures locales au sens où le mécanisme de rupture est étudié à l'endroit où l'entaille a été découpée sur l'échantillon mais la mesure dépend aussi des dimensions de la pièce. C'est pourquoi, une technique de mesure locale de la ténacité du tissu osseux a été proposée en mesurant la résistance à l'avancement d'une rayure créée par la pointe d'un nano-indenteur [216].

#### *Relation avec les autres paramètres mécaniques*

Dans l'os cortical, le module d'Young et la contrainte maximale sont mieux corrélés à  $K_c$  (coefficient de détermination de 70% et 80%, respectivement) qu'à l'intégrale  $J$  (coefficient de détermination de 40% et 20%, respectivement) [197][217]. Le travail jusqu'à rupture est bien corrélé avec  $K_c$  et  $J$  (coefficient de détermination de 70% et 60%, respectivement) ainsi qu'avec la résilience [209][197][217].

#### *Anisotropie de la ténacité de l'os cortical*

Dans l'os cortical bovin, l'intégrale  $J$  est plus de deux fois supérieure pour une fissure transversale à la direction d'un os long (6.6 kPa.m) que pour une fissure longitudinale (2.3 kPa.m) [207][218].

#### *Influence de la composition du tissu osseux*

La teneur en eau est corrélée positivement avec  $K_c$  [196][219][220]. Les propriétés du collagène sont fortement corrélées avec  $K_c$  et l'intégrale  $J$  (coefficient de détermination entre 55 et 85%). En revanche, leur corrélation avec le contenu minéral est mauvaise (coefficient de détermination entre 10 et 45%)[197][217][195].

#### *Influence de l'architecture*

Pour l'os trabéculaire, le paramètre  $K_c$  dépend de la densité apparente à la puissance 1.5 [206]. Pour l'os cortical déminéralisé, la corrélation entre la porosité et le paramètre  $K_c$  de l'os cortical est mauvaise (coefficient de détermination de 14%) [199], alors que pour l'os cortical non-déminéralisé la corrélation entre la porosité et le paramètre  $K_c$  et l'intégrale  $J$  est bonne (coefficient de détermination

---

18.  $K_c$  en mode I, noté  $K_{Ic}$ , vaut entre 50 et 250 MPa.m<sup>1/2</sup> pour les aciers, entre 20 et 40 MPa.m<sup>1/2</sup> pour l'aluminium faiblement allié, et entre 1 et 5 MPa.m<sup>1/2</sup> pour le PMMA

19. La résilience sur une éprouvette sans entaille est considérée comme une mesure de la ténacité plus qualitative que quantitative car elle mesure l'énergie pour initier une fissure plus l'énergie nécessaire à la propagation de celle-ci[214]

20. La résilience en impact (essai Charpy) vaut quelques centaines de kJ/m<sup>2</sup> pour l'aluminium et est de l'ordre de 1000 kJ/m<sup>2</sup> pour l'acier, à température ambiante.



de 75%) [197][217].

### *Mécanismes de propagation stable de fissure*

Dans certains matériaux, comme l'os, une propagation stable et discontinue de la fissure est possible, avant la rupture totale. Ce phénomène a été étudié dans l'os cortical. Quatre mécanismes ralentissent la propagation d'une fissure dans l'os cortical (figure 1.40) [221][222]. Une fissure peut tout d'abord être déviée dans sa propagation par l'arrangement lamellaire de la microstructure, en particulier les lignes cimentantes délimitant les ostéons (figure 1.41) [223].

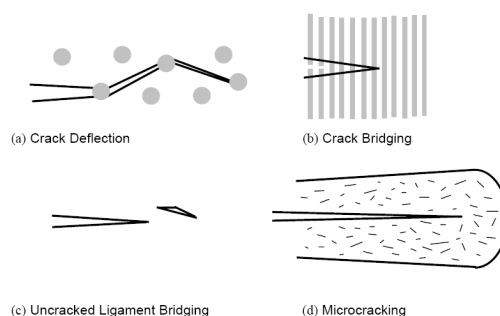


FIGURE 1.40 – Schématisation des quatres mécanismes à l'origine de la ténacité osseuse : (a) déviation de la fissure par la micro-architecture, (b) pontage par fibres de collagène, (c) pontage par ligaments de collagène, (d) micro-fissuration [224].

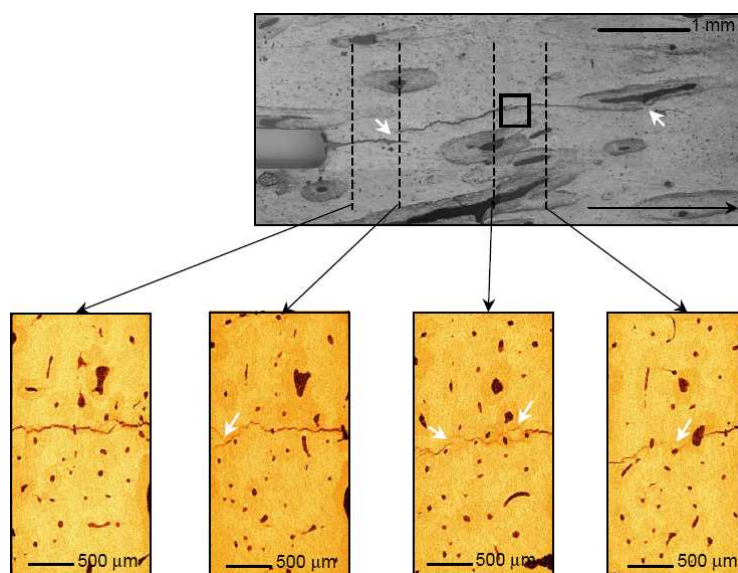


FIGURE 1.41 – Propagation d'une fissure dans l'os cortical au cours d'un essai de mesure de ténacité [225].

De plus, il existe un mécanisme de ralentissement de la progression de la fissure par micro-fissuration autour du front de fissure qui réduit la contrainte locale au front de fissure. En effet, une partie de l'énergie de déformation fournie à la fissure est dissipée dans la formation d'un nuage

de petites micro-fissures de quelques microns dans le sillage de la fissure principale (figure 1.40, d)) [226][227]. Enfin, le phénomène de pontage des deux surfaces opposées de la fissure par des ligaments ou des fibres de collagène non cassés augmente la rigidité d'ouverture de la fissure. Ce processus est considéré comme la principale source de ténacité de l'os cortical par certains auteurs (figures 1.42 et 1.43) [222]. Le pontage est également observable dans les micro-fissures d'un os endommagé (figure 1.46).

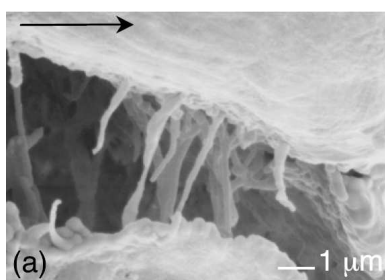


FIGURE 1.42 – Mécanisme de pontage de fissure par des fibres de collagène non cassées. La flèche indique le sens de propagation de la fissure [222].

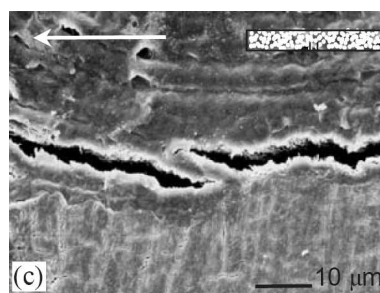


FIGURE 1.43 – Mécanisme de pontage de fissure par des ligaments de collagène non cassés. La flèche indique le sens de propagation de la fissure [221].

Le processus de propagation de fissure est étudié en traçant la courbe de résistance, dite courbe  $R$ , qui représente le facteur d'intensité en énergie (ou en contrainte) nécessaire à la fissuration en fonction de la longueur de la fissure au cours de sa propagation (figure 1.44) [225][204]. La ténacité d'initiation de la propagation de la fissure est la valeur du facteur d'intensité des contraintes au premier déclenchement de la propagation de la fissure. La ténacité de croissance de fissure est la pente de la courbe  $R$ , elle s'exprime en  $\text{Pa}\cdot\text{m}^{-1/2}$  et fournit une information complémentaire à la ténacité d'initiation de la propagation (figure 1.45) [228][225].

La propagation stable de fissure est alors considérée comme une compétition mutuelle entre deux classes de mécanismes : les mécanismes intrinsèques qui opèrent au front de fissure et les mécanismes extrinsèques qui opèrent principalement dans le sillage (à l'arrière) du front de fissure. Les mécanismes intrinsèques sont gouvernés par la ténacité d'initiation de fissure alors que les mécanismes extrinsèques sont caractérisés par la ténacité de croissance de fissure [228][221]. Alors que la ténacité intrinsèque domine dans les matériaux ductiles et affecte la ténacité d'initiation, les mécanismes extrinsèques sont la principale origine de la ténacité des matériaux fragiles. Compte tenu de la nature relativement fragile de l'os et des interactions observées entre la micro-structure du tissu et la fissure dans sa propagation, les mécanismes extrinsèques semblent fournir la majorité de la ténacité osseuse [221]. D'autre part, la vitesse de fissuration (allongement de la fissure par cycle ou par seconde) en fonction de la variation du facteur d'intensité des contraintes peut être mesurée par essai de fatigue dynamique sur un échantillon entaillé [230][223][231][232] ou par sollicitation non-cyclique [225].

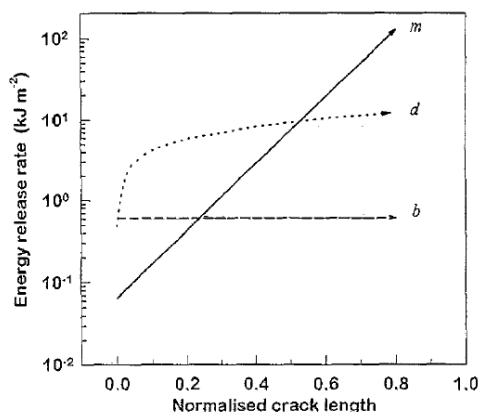


FIGURE 1.44 – Comportements typiques observés sur une courbe R. Facteur d'intensité en énergie en fonction de la longueur de la fissure pour une propagation de fissure contrôlée par micro-fissuration (m), par déflexion de la fissure (d) et pour une rupture fragile brutale (b) [209].

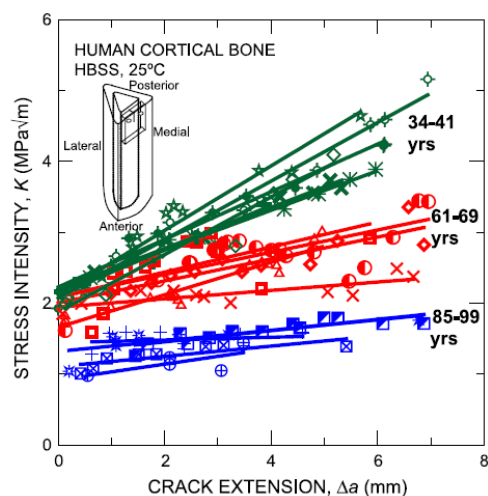


FIGURE 1.45 – Courbes R mesurées sur de l'os cortical huméral chez des sujets humains de trois âges différents [228].

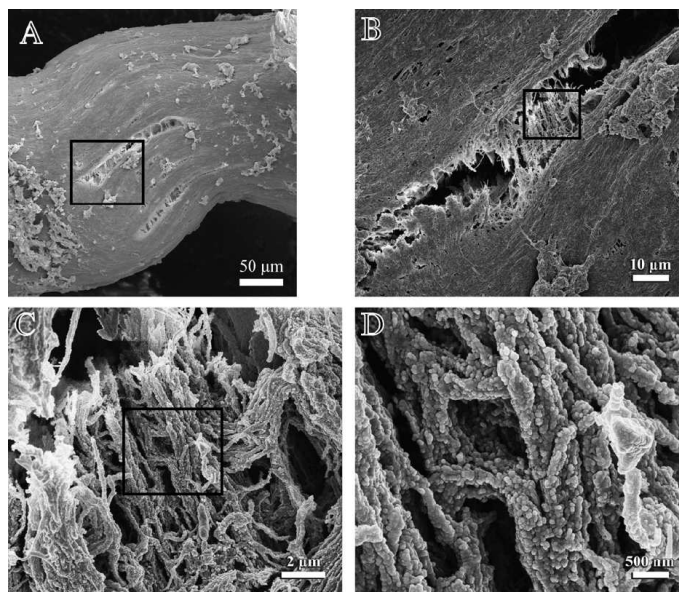


FIGURE 1.46 – Visualisation au MEB à 4 résolutions (A-D) d'une fissure à l'intérieur d'une travée. Les deux surfaces de la fissure sont reliées par des fibres de collagène non brisées qui semblent résister à l'ouverture de la fissure. Les particules rondes sont des cristaux d'hydroxyapatite, elles semblent communes à plusieurs fibres de collagène [229].

### 1.1.2.7 Résistance à la fatigue

Une sollicitation mécanique, même faible, appliquée de manière répétitive un grand nombre de fois, peut causer la rupture. Un effort cyclique génère des micro-fissures à partir de défauts à l'échelle nanoscopique. Au cours des cycles de charge, des micro-fissures sont créées, grandissent et certaines

deviennent des macro-fissures puis causent la rupture. Ce phénomène est à l'origine de certaines fractures osseuses (fracture vertébrale par exemple). La résistance à la fatigue est donc la capacité d'un matériau à supporter ce type de sollicitation mécanique. Une fois encore, les études reportées sont beaucoup plus nombreuses pour l'os cortical que pour l'os trabéculaire.

De façon générale, le nombre de cycles endurés à la rupture augmente lorsque l'amplitude de la sollicitation mécanique diminue. Ce phénomène est couramment représenté par la courbe Wohler (figure 1.47). La relation entre l'amplitude de la déformation  $\epsilon$  et le nombre de cycles endurés à la rupture  $N$  est une loi de puissance du type :  $N = A\epsilon^{-n}$ , où l'exposant  $n$  et le coefficient  $A$  sont des caractéristiques du matériau.

Au cours des cycles, l'endommagement dans le matériau s'accumule. Ceci se traduit par une augmentation de la déformation résiduelle et de l'hystérésis dans la relation contrainte-déformation, ainsi qu'une diminution du module d'Young pouvant atteindre 50% (figure 1.48). L'endommagement induit par l'essai de fatigue est défini par la diminution du module d'Young.

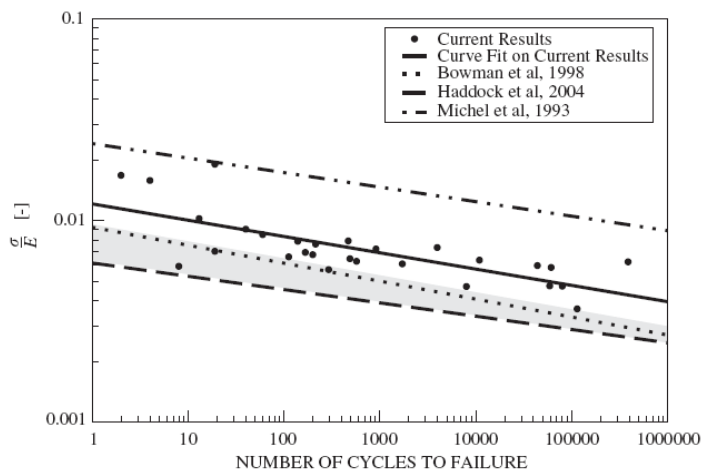


FIGURE 1.47 – Courbe de Wohler reportant les résultats de plusieurs études sur l'os trabéculaire [233].

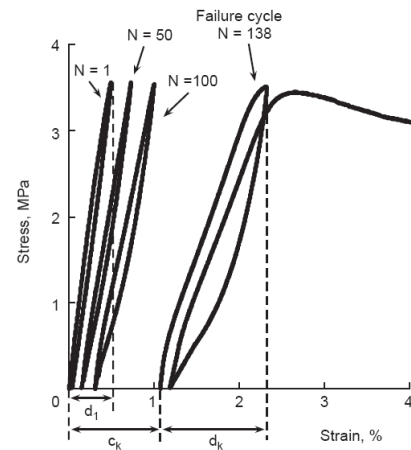


FIGURE 1.48 – La relation contrainte-déformation montre une augmentation de la contrainte résiduelle et de l'hystérésis au cours des cycles de fatigue [234].

Pour l'os, les essais sont réalisés en flexion, traction, compression ou cisaillement et la sollicitation mécanique est souvent répétée à une fréquence de 1 ou 2 Hz pour simuler la marche. Compte-tenu des faibles déformations physiologiques endurées *in vivo*, mesurées inférieures à 0.25% (traction-compression)<sup>21</sup> sur la surface du tibia de sujets pendant la pratique d'activités sportives [236][235], le nombre de cycles nécessaires pour causer une fracture serait de l'ordre de  $10^7$ , correspondant à 5 à 10 années de vie [237]. Néanmoins le remodelage osseux résorbe les micro-fissures et maintient

21. Les déformations de cisaillement reportées atteignent cependant 0.5% en course [235]

l'intégrité mécanique du tissu [35].

Les courbes de Wohler pour l'os trabéculaire humain et bovin et pour différents sites osseux sont proches (figure 1.47). Comme ces échantillons présentaient des architectures macroscopiques très différentes, la fracture par fatigue semble trouver ses origines à l'échelle du tissu osseux (en particulier l'arrangement lamellaire) [234].

La résistance à la fatigue de l'os cortical est plus importante en compression qu'en traction-compression uniaxiale, qu'en flexion, qu'en traction et qu'en cisaillement<sup>22</sup> [239][240]. Des essais de fatigue en flexion menés sur des travées isolées (1.5 mm de longueur et 120 micromètres de largeur) et des éprouvettes d'os cortical usinées aux mêmes dimensions montrent que la résistance à la fatigue de l'os cortical est supérieure [240]. Les arrangements lamellaires différents pourraient en être la cause. En effet, l'arrangement lamellaire d'une travée ressemble à une mosaïque et serait moins résistant à une sollicitation répétée en flexion que l'arrangement en lamelles parallèles orientées dans la longueur des éprouvettes corticales.

Le rapport entre la dureté, mesurée par nano-indentation, des ostéons et du tissu interstitiel s'est révélé mieux ou au moins autant corrélé à la durée de vie en fatigue que tous les autres paramètres (âge, porosité, contenu minéral). Aussi l'hétérogénéité du tissu osseux à l'échelle microscopique pourrait influencer l'initiation et la propagation éventuelle des micro-fissures [239].

En outre, au cours d'un essai de fatigue sur un échantillon entaillé, la vitesse de propagation de la fissure diminue généralement lorsque la fréquence de la sollicitation mécanique cyclique augmente, conséquence des effets visco-élastiques [230][232].

Enfin, la résistance à la fatigue de l'os cortical et trabéculaire est plus faible lorsque le chargement mécanique est appliqué dans une direction de sollicitation non physiologique [241].

### 1.1.2.8 Viscoélasticité

Lorsque la déformation d'un solide élastique se produit avec un retard de phase  $\delta$  sur la contrainte appliquée, on dit qu'il est viscoélastique. Ce retard, dû aux frottements internes du matériau, est compris entre 0 et  $\pi/2$  rad<sup>23</sup>. Ce phénomène induit une dissipation d'une partie de l'énergie mécanique fournie sous forme de chaleur. Le rapport entre l'énergie dissipée et l'énergie transmise est égal à  $2\pi \tan(\delta)$ , où  $\tan(\delta)$  est appelé facteur d'amortissement ou de perte<sup>24</sup>. En outre, la valeur de  $\delta$  dépend de la vitesse de déformation et de la température [242]. La viscoélasticité a pour effet de modifier l'élasticité du matériau. Augmenter la vitesse de déformation<sup>25</sup> a tendance à augmenter le module d'Young, la contrainte à la limite élastique et la contrainte maximale (figure 1.49)

22. La température du tissu osseux influence sa durée de vie en fatigue. L'os cortical fatigué à 20°C supporte deux fois plus de cycles jusqu'à la rupture qu'à 37°C [238].

23. observé dans les fluides parfaitement visqueux

24.  $\tan(\delta)$  est inférieur à  $10^{-3}$  pour les métaux, entre  $10^{-2}$  et  $10^{-1}$  pour le PMMA et peut dépasser 1 pour les élastomère et certains polymères [1]

25. Pendant une chute causant une fracture, la vitesse de déformation dépasse  $10s^{-1}$  alors que dans les conditions physiologiques elle atteint  $10^{-2}s^{-1}$  [243][235]

[244][243][245][219][246]. C'est la raison pour laquelle le module d'Young du tissu osseux mesuré par la vitesse ultrasonore est supérieur au module d'Young mesuré par essai quasi-statique [170].

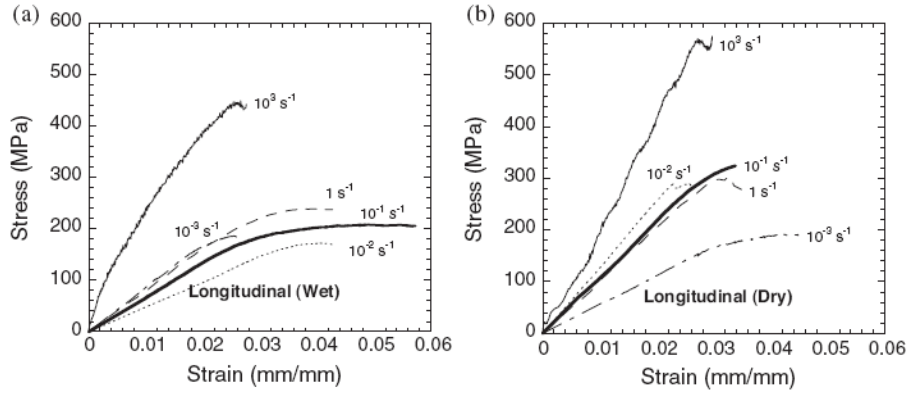


FIGURE 1.49 – La relation contrainte-déformation dépend de la vitesse de déformation. Les mesures ont été réalisées pour de l'os cortical bovin hydraté (a) et sec (b) [219].

Le facteur de perte  $\tan(\delta)$  vaut entre  $10^{-2}$  et  $5 \cdot 10^{-1}$  pour l'os cortical humain et montre un minimum pour une excitation dynamique à une fréquence entre 1 et 100 Hz (figure 1.50) [247]. Cette gamme de fréquences correspond à une activité physique normale, ce qui exclut l'hypothèse d'un rôle de la viscoélasticité du tissu osseux dans l'absorption des chocs [247][1]. Mais, comme la mesure d'élasticité, la viscoélasticité du tissu osseux cortical montre des effets de taille de l'échantillon. Les effets viscoélastiques augmentent avec la taille de l'échantillon particulièrement pour les basses fréquences inférieures à 10 Hz. Certains auteurs concluent donc que la mesure de la viscoélasticité du tissu osseux à 1 Hz (pour simuler la marche) sur des éprouvettes de quelques millimètres procure probablement une mauvaise estimation des effets réels dans un os entier *in vivo* [248]. Par ailleurs, l'anisotropie des propriétés viscoélastiques est très légère [249][219].

D'autre part, les effets viscoélastiques sont plus importants pour l'os cortical hydraté que pour l'os cortical déshydraté,  $\tan(\delta)$  est environ deux fois supérieur pour l'os hydraté [242][247][250]. En revanche, la dénaturation du collagène par chauffage à 100°C et 200°C ne montre pas d'effets significatifs sur la viscoélasticité de l'os cortical humain [250]. Aux fréquences de sollicitations mécaniques physiologiques (1-100 Hz), les mouvements de fluides interstitiels dans les canaux de l'os cortical sont libres et ne sont pas à l'origine de l'amortissement viscoélastique pour des sollicitations mécaniques physiologiques. Ces phénomènes pourraient causer un maximum du facteur de perte pour des fréquences de l'ordre de 1 MHz [247][251]. Les mécanismes responsables de la viscoélasticité pour les fréquences entre 0.01 et 10 Hz seraient d'origine thermoélastique, des flux de chaleur entre les hétérogénéités du tissu (ostéons) en seraient la cause. Cependant, les mécanismes à l'origine de l'augmentation des effets viscoélastiques pour l'os sec et hydraté au delà de 10 Hz (figure 1.50) n'ont pas



été identifiés, des mouvements moléculaires dans le collagène sont néanmoins suspectés [1].

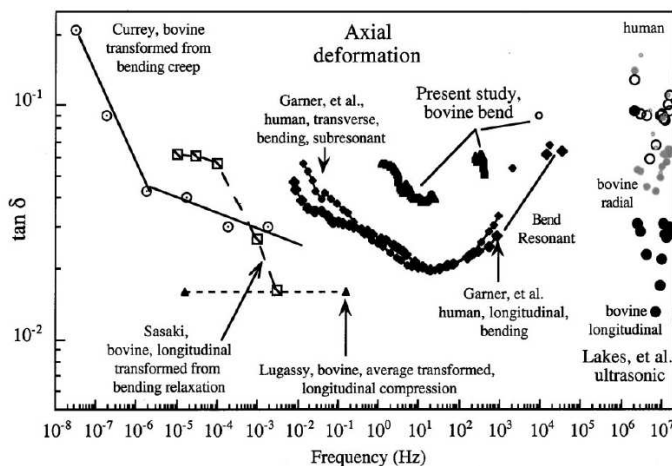


FIGURE 1.50 – Mesures du facteur de perte  $\tan(\delta)$  en fonction de la fréquence de l'excitation mécanique axiale pour l'os cortical humain et bovin [251].

Peu d'études ont été menées sur la viscoélasticité de l'os trabéculaire. Cependant, des comportements similaires à l'os cortical ont été mesurés (figure 1.51). Le facteur de perte mesuré pour l'os trabéculaire fémoral bovin frais vaut entre  $5 \cdot 10^{-2}$  et  $10^{-1}$  [252][253]. Les effets viscoélastiques mesurés pour l'os trabéculaire bovin sont néanmoins plus importants que pour l'os cortical bovin, probablement à cause de leurs structures très différentes et de la quantité de moelle osseuse plus importante dans l'os trabéculaire [252].

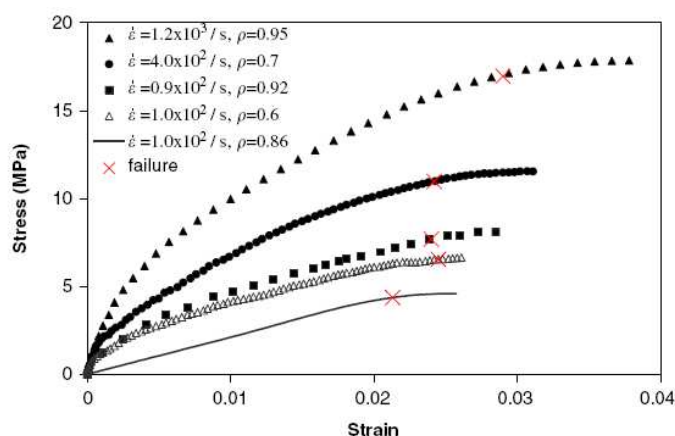


FIGURE 1.51 – La relation contrainte-déformation dépend de la vitesse de déformation. Les mesures ont été réalisées pour de l'os trabéculaire vertébral humain de différentes porosités et pour plusieurs vitesses de déformation élevées [246].

### 1.1.2.9 Mécanismes de rupture

La façon dont une pièce casse dépend du type de sollicitation mécanique (figure 1.52) [254]. Alors que la rupture plastique (la contrainte appliquée dépasse la contrainte maximale) se produit en compression et en traction pour l'os cortical, le mécanisme de rupture de l'os trabéculaire est différent en traction et compression. En effet, la traction fait céder les travées par rupture plastique, alors qu'en compression le flambage des travées précède leur rupture. Un point remarquable est que, pendant une compression, la proportion de tissu qui cède localement en traction peut être supérieure à celle qui casse en compression, d'autant plus pour une compression dans une direction perpendiculaire à l'axe principal de l'architecture trabéculaire que dans la direction principale [255][68].

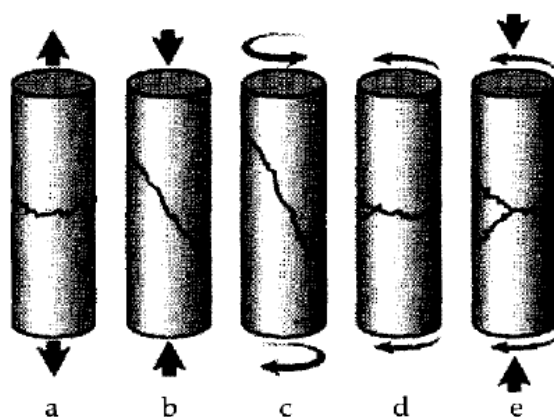


FIGURE 1.52 – Surfaces de rupture en fonction du type de sollicitation mécanique, traction (a), compression (b), torsion (c), flexion (d) et compression combinée à flexion (e) [243].

Une étude par éléments finis de la compression de vertèbres humaines montre que le risque de rupture est plus élevé dans l'os trabéculaire que dans l'os cortical, particulièrement pour les zones trabéculaires proches des enveloppes corticales supérieure et inférieure [256]. D'autre part, la région où la rupture s'initie correspond très souvent à la zone possédant la porosité la plus faible dans l'os trabéculaire de tête fémoral [138].

L'analyse de rupture guidée par imagerie (IGFA, *Image-Guided Failure Assessment*) permet de mesurer la relation contrainte-déformation et de réaliser, par palier de déformation, une image 3D d'un échantillon trabéculaire avec une résolution de 7 micromètres [139][140][257]. Il est alors possible de détecter les premières fissurations de travées pour déterminer la région où la rupture s'initie et la manière dont les travées cassent (figure 1.53).

Une des conclusions importantes d'études couplant expérience et modélisation par éléments finis est que le critère de rupture du tissu osseux est contrôlé par la déformation et non par la contrainte pour l'os trabéculaire et cortical [258][97][62][68]. En effet, contrairement à la contrainte, la déformation à la limite élastique en traction dépend très peu de la porosité et du type d'architecture trabéculaire et les valeurs apparente et locale sont proches. La déformation à la limite élastique en traction de l'os cortical dépend également très peu de la porosité et est très proche de la valeur pour



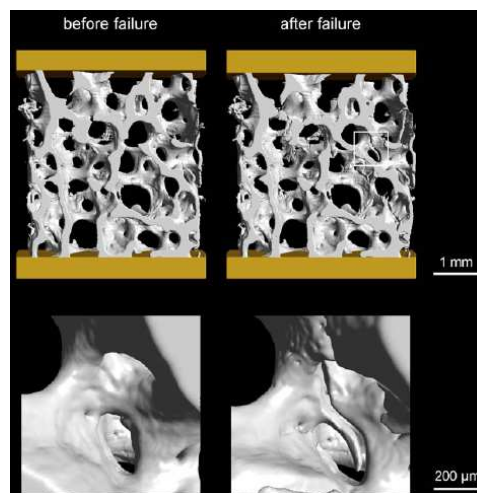


FIGURE 1.53 – Rupture de travée détectée par IGFA pendant une compression uniaxiale quasi-statique [140].

le tissu trabéculaire (figures 1.54 et 1.55) [97]. Cependant, pour l'os trabéculaire, la déformation à la limite élastique apparente en compression augmente avec la densité apparente trabéculaire, est inférieure à la valeur locale et est toujours supérieure à la valeur apparente en traction (figures 1.54 et 1.55) [258][97].

De plus, la fraction surfacique de tissu osseux trabéculaire endommagé par une compression quasi-statique jusqu'à la contrainte maximale montre une corrélation positive significative avec la déformation maximale appliquée mais pas avec la contrainte maximale [259].

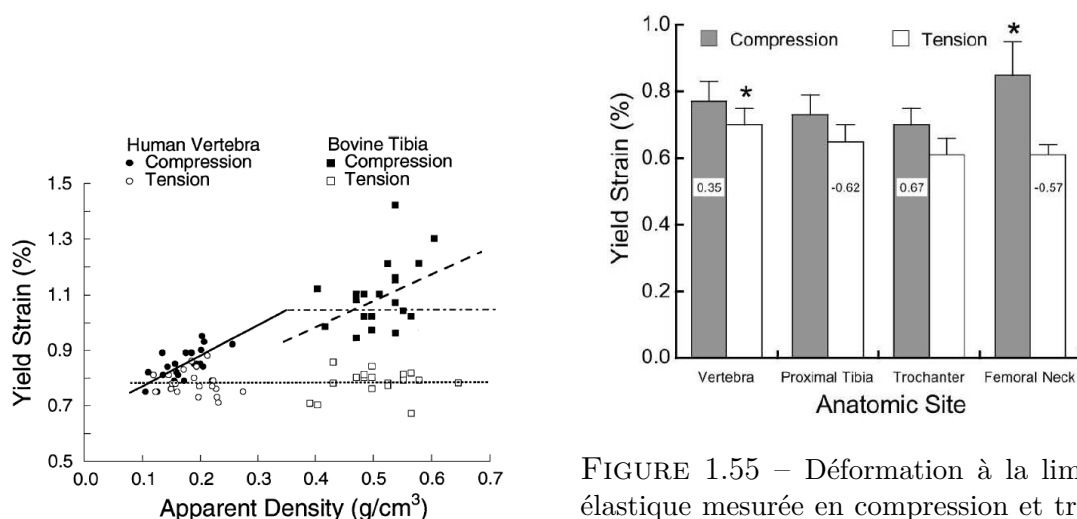


FIGURE 1.54 – Déformation à la limite élastique mesurée en compression et traction uniaxiale quasi-statique en fonction de la densité apparente trabéculaire [258].

FIGURE 1.55 – Déformation à la limite élastique mesurée en compression et traction uniaxiales quasi-statiques pour différents sites osseux trabéculaires humains. Les relations significatives avec la densité apparente sont indiquées par le coefficient de Pearson dans les colonnes [260].

### 1.1.3 Altérations des propriétés mécaniques osseuses

#### 1.1.3.1 Vieillissement normal

Les propriétés mécaniques de l'os cortical [53][261][45] et de l'os trabéculaire [262][263] diminuent avec l'âge. Par exemple, entre 35 et 70 ans, la contrainte maximale de l'os cortical diminue de 15-20% et de 50% pour l'os trabéculaire. De plus, l'os devient plus fragile (sa ténacité diminue) et la surface sous la courbe contrainte-déformation (densité d'énergie jusqu'à la rupture) diminue [261]. La résistance à la fatigue diminue également au cours du vieillissement [264]. La dégradation des propriétés mécaniques osseuses est principalement due aux changements de la macro-architecture (augmentation de la porosité, perte de connectivité, changement de morphologie des travées) et de la micro-architecture (augmentation des hétérogénéités, les ostéons secondaires deviennent plus nombreux et de diamètre plus faible).

#### *Composition chimique et propriétés mécaniques du tissu osseux*

La composition (densité, contenu minéral et organique,...) et l'élasticité (mesurée par nano-indentation et par vitesse ultrasonore) du tissu osseux ne montre pas de variations significatives pendant le vieillissement [60][197][162][265][169]. Néanmoins, certaines propriétés du collagène (interconnexions entre les molécules de collagène, réorientation des fibres de collagène) et ses interactions avec les autres constituants sont modifiées pendant le vieillissement et bien corrélées avec la diminution de la ténacité de l'os cortical [195][197][201][210][266]. De plus, la teneur en eau des os diminue significativement pendant le vieillissement et pourrait participer à l'affaiblissement de la ténacité [195].

La distribution des valeurs de densité minérale du tissu osseux et la valeur moyenne ne montrent pas de variations significatives en fonction de l'âge et du sexe dans l'os cortical et trabéculaire de la crête iliaque [267]. Ce constat a été ensuite vérifié pour différents sites trabéculaires où la distribution de densité minérale osseuse ne montre pas non plus de variations significatives avec l'âge, le sexe, le site osseux et les origines ethniques [268].

Une étude récente sur des rats montre néanmoins que, pendant le vieillissement, l'augmentation de la minéralisation (définie par le rapport des intensités des raies liées à la partie minérale et au collagène du spectre de Raman), de la taille moyenne des cristaux (largeur de la raie de la phase minérale du spectre de Raman) et de la substitution du phosphate par du carbonate de type B dans le tissu osseux était corrélée significativement avec la diminution du module d'Young (figure 1.56) [269].

#### *Augmentation de la porosité*

L'augmentation de la porosité des os, ou ostéopénie, est l'une des causes principales de la diminution des propriétés mécaniques (module d'Young et contrainte maximale) pendant le vieillissement. La porosité mesurée en volume de l'os cortical fémoral humain vaut environ 2.5% à 20 ans, environ 10% chez l'homme de 90 ans et 25% chez la femme de 90 ans (figure 1.57) [270]. L'épaisseur des zones corticales diminue et le diamètre extérieur des diaphyses des os longs augmente. Ce mécanisme

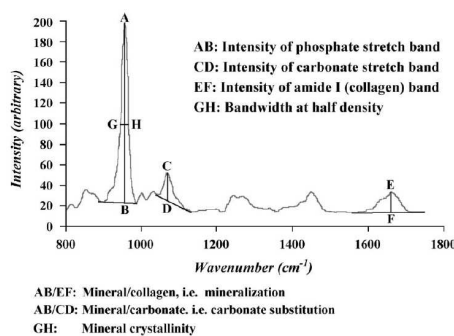


FIGURE 1.56 – Calcul de la minéralisation, de la cristallinité (taille moyenne des cristaux d'hydroxyapatite de Calcium et de Phosphate) et de la substitution du phosphate par du carbonate de type B par spectroscopie de Raman [269].

d'adaptation osseuse permet de maintenir la rigidité en flexion des os longs [262].

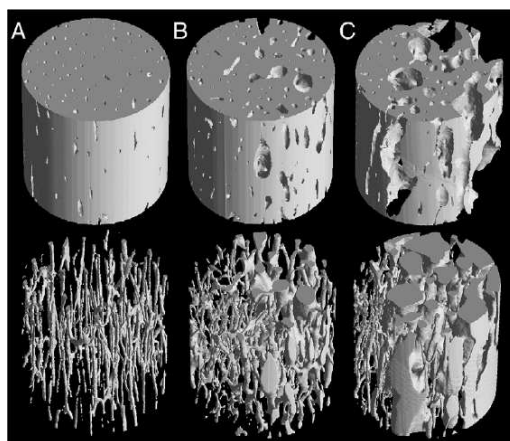


FIGURE 1.57 – Evolution de la porosité (tissu osseux en haut et porosité des canaux en bas) de l'os cortical fémoral humain pour trois âges différents : 20 ans (A), 61 ans (B) et 87 ans (C) [270].

De même la porosité moyenne de l'os trabéculaire de tête fémorale humaine passe d'une porosité de 70% à 30 ans à 80% à 85 ans, d'une porosité de 90% (30 ans) à 93% (85 ans) pour l'os trabéculaire vertébral [114]. La porosité trabéculaire de la région supérieure du calcaneum, proche de l'astragale, varie de 70% (20-40 ans) à 80% (61-80 ans) et la crête iliaque de 86% (20-40 ans) à 90% (61-80 ans) [115]. Enfin, la porosité de l'os trabéculaire tibial évolue de 70% (20 ans) à 80% (80 ans) (figure 1.58)) [271].

Dans l'os trabéculaire, l'augmentation de la porosité peut se produire de deux façons : l'amincissement des travées et la résorption irréversible des travées peu sollicitées par les efforts mécaniques. Dans la plupart des sites osseux, la morphologie des travées du type plaque évolue vers le type barre (le SMI augmente), car la largeur des travées diminue au cours du vieillissement (cas de l'os trabéculaire tibial [272]). Néanmoins la morphologie des travées de types tige et barre évoluent différemment dans la tête fémorale et dans la vertèbre L2 [114]. En effet, la porosité de l'os trabéculaire vertébral

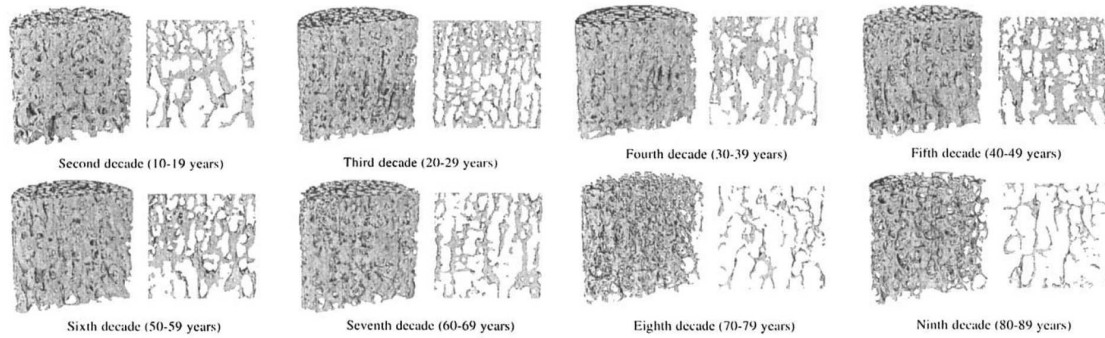


FIGURE 1.58 – Évolution de l’architecture de l’os trabéculaire tibial humain en fonction de l’âge [271].

augmente principalement par une disparition importante du nombre de travées horizontales. Celles-ci sont peu sollicitées par les charges physiologiques mais contribuent énormément à la résistance osseuse lors d’un chargement d’amplitude et de direction non-physiologiques. Enfin, pour le cas du calcanéum, la porosité augmente par l’amincissement des travées [115]. Par exemple, pour la région supérieure du calcanéum, où la porosité est la plus faible, la largeur des travées vaut  $258\mu\text{m} \pm 29$  entre 20 et 40 ans et  $169\mu\text{m} \pm 19$  entre 60 et 80 ans.

Conséquence de l’augmentation de la porosité, le module d’Young mesuré en compression diminue au cours du vieillissement. Autour de 1000 MPa pour une porosité faible ( $0.6 \text{ g/cm}^3$ ), le module d’Young atteint 10 MPa pour une porosité élevée ( $0.1 \text{ g/cm}^3$ ) dans l’os trabéculaire. De même, la contrainte maximale vaut entre 12 (jeune adulte) et 1 MPa (personne âgée) [60][59]. Pour l’os cortical, ces valeurs sont plus élevées. Le module d’Young varie entre 16 (35 ans) et 13 (90 ans) GPa, alors que la contrainte maximale varie entre 180 (35 ans) et 140 MPa (90 ans) [208][197].

#### *Augmentation de l’hétérogénéité du tissu et de l’architecture trabéculaire*

Dans l’os cortical, l’augmentation du rapport entre la dureté du tissu interstitiel sur celle du tissu osseux au cours du vieillissement est très bien corrélée avec la diminution de la durée de vie en fatigue [239]. Ceci laisse supposer que l’hétérogénéité du tissu à l’échelle microscopique pourrait influencer l’initiation de fissures et la propagation éventuelle de celles-ci. En effet, la ténacité d’initiation et la ténacité de croissance d’une fissure dans l’os cortical diminuent avec l’âge (figure 1.45) [228][213].

L’hétérogénéité structurale de l’os trabéculaire est également modifiée pendant le vieillissement. L’anisotropie structurale de l’os trabéculaire tibial [271] et vertébral [273] augmente significativement pendant le vieillissement. Cependant la connectivité de l’os trabéculaire tibial ne varie pas significativement avec l’âge [271]. En outre, l’analyse par régions de l’architecture trabéculaire de la vertèbre L4 à 62 et 69 ans montre que les paramètres architecturaux évoluent différemment pour chaque région, ce qui implique une augmentation de l’hétérogénéité architecturale pendant le vieillissement [273].

En résumé, la dégradation des propriétés mécaniques par le vieillissement normal est relativement

faible comparée aux effets pathologiques. Par exemple, une étude récente sur l'os trabéculaire de tête fémorale chez les sujets atteints de coxarthrite (arthrite de la hanche) primaire sévère de 40 à 90 ans montre que la contrainte maximale, la porosité et le SMI ne sont pas corrélés avec l'âge [104].

### 1.1.3.2 Dégradation pathologique de la biomécanique osseuse

La pathologie osseuse la plus connue est sans conteste l'ostéoporose mais bien d'autres maladies osseuses existent et certaines pathologies non-osseuses affectent le tissu osseux. Parmi les pathologies osseuses, on distingue les maladies générant une fabrication anormale du collagène (Ostéogénèse Imparfait (OI) ou maladie des os de verre [195] et la maladie de Paget (figure 1.59)), les maladies responsables d'une densité minérale du tissu osseux anormale (ostéomalacie ou maladie des os mous et fluorose [195]) et les maladies à l'origine d'une fréquence du remodelage osseux anormalement élevée (ostéoporose post-ménopausale, hyperparathyroïdisme, hyperthyroïdisme, ostéoporose masculine et ostéoporose induite par cortico-stéroïdes) ou faible (ostéopétrose ou maladie des os de marbre et pycnodysostose).

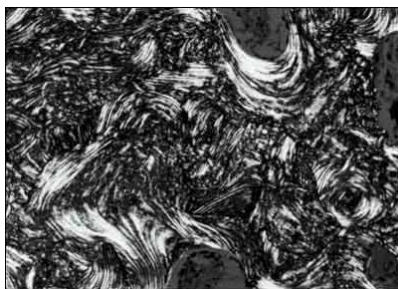


FIGURE 1.59 – La maladie de Paget est à l'origine d'un renouvellement osseux anarchique et excessif créant un arrangement chaotique des lamelles, mélangées avec de l'os tissé.

Ces maladies peuvent créer une balance résorption-formation négative (perte de masse osseuse) ou positive (gain de masse osseuse) (figure 1.60) [274]. Toutes ces pathologies dégradent la résistance osseuse en rendant les os soit trop mous, soit trop fragiles.

#### - L'ostéoporose

L'Organisation Mondiale de la Santé définit l'ostéoporose comme « une maladie généralisée du squelette, caractérisée par une densité osseuse basse et des altérations de la micro-architecture osseuse, responsable d'une fragilité osseuse exagérée et donc d'un risque élevé de fracture ». Le capital osseux maximal est atteint vers l'âge de 20 ans. Jusqu'à 30-40 ans, les phases de résorption et de formation sont en équilibre. Puis, la masse osseuse diminue lentement, d'environ 3% tous les 10 ans pour l'os trabéculaire. Chez la femme, lors de la ménopause autour de 50 ans, la perte osseuse s'accélère (2% de perte par an) pendant environ 10 ans, puis ralentit. Cela correspond au moment où les

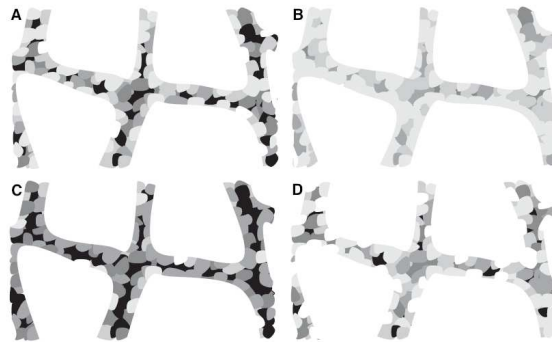


FIGURE 1.60 – Illustrations de l'effet de quatre maladies osseuses sur le volume osseux et l'hétérogénéité de la minéralisation du tissu trabéculaire : minéralisation normale (A), ostéomalacie (B), fréquence de renouvellement osseux trop faible (ostéopétrose ou effet des thérapie anti-résorptive) (C), fréquence de renouvellement osseux trop élevée (ostéoporose post-ménopausale) (D) [44].

ovaires arrêtent de produire les hormones sexuelles (oestrogène) [275]. De 20 à 80 ans les femmes perdent environ 40% de leur masse osseuse trabéculaire (environ 25% pour les hommes) (figure 1.61).

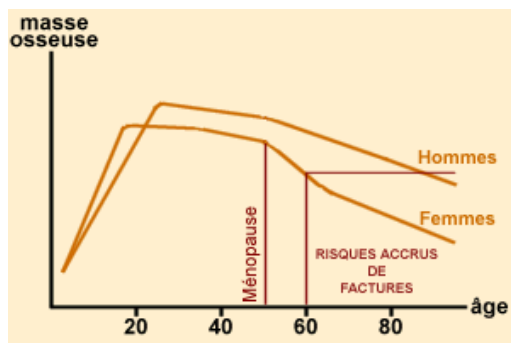


FIGURE 1.61 – Evolution de la masse osseuse au cours d'une vie humaine [276].



FIGURE 1.62 – Fracture du col du fémur [277].

La perte osseuse est un processus « normal » du vieillissement, en revanche, l'ostéoporose est le résultat d'une balance osseuse exagérément négative, une quantité importante de tissu osseux résorbé par les ostéoclastes n'est pas remplacée par les ostéoblastes. S'ensuit une augmentation de la porosité des os et une diminution des épaisseurs corticales [274]. La perte d'os trabéculaire débute plus tôt (dès 40 ans) et est plus rapide (car la fréquence de remodelage est plus élevée) que celle de l'os cortical. Dans ce cas pathologique, la porosité de l'os trabéculaire peut dépasser 95%, la micro-architecture est alors fortement transformée (amincissement et perforation des travées) et son comportement mécanique est détérioré (figure 1.63). En particulier, l'anisotropie des os trabéculaires est souvent fortement aggravée. La fragilité des os et le risque de fracture sont alors importants pour un effort mécanique non-physiologique, perpendiculaire aux réseaux trabéculaires principaux d'un



os (par exemple, fracture du col du fémur lors d'une chute). De plus, l'augmentation de l'anisotropie réduirait la résistance de l'os trabéculaire à de petits efforts répétés (type fatigue mécanique) [278].

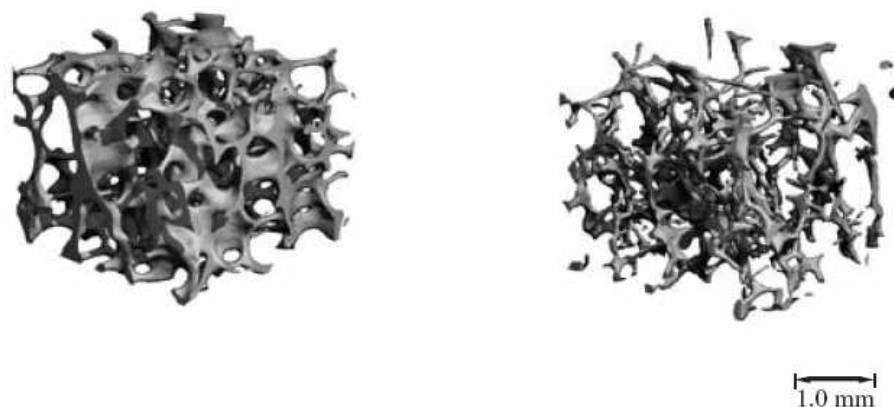


FIGURE 1.63 – Os trabéculaire vertébral humain sain (à gauche) et ostéoporotique (à droite) [273]

Une étude reporte, à l'aide de simulations par éléments finis 2D, que les déformations locales (à l'échelle du tissu osseux) dans une tête de fémur ostéoporotique sont 60 à 70% plus importantes et moins uniformément réparties que dans un os sain [279]. Chez les personnes âgées, les fractures se produisent essentiellement sur trois sites, contenant tous de l'os trabéculaire : le col du fémur (figure 1.62), les vertèbres et le poignet. La maladie touche un nombre grandissant de personnes (longévité accrue) et constitue un problème de santé publique car de telles fractures sont souvent à l'origine de l'entrée en dépendance des personnes âgées.

#### - Autres maladies non-osseuses affectant la résistance osseuse

Des études reportent une augmentation de la fragilité osseuse chez les personnes atteintes de cancer osseux. Les cancers osseux sont généralement des métastases d'autres cancers, comme le cancer de la prostate [280]. Les métastases sont suspectées d'affecter la résistance osseuse en réduisant la masse osseuse, en changeant l'architecture trabéculaire et/ou en altérant la composition du tissu osseux [281].

Les diabètes de type 1 et 2 peuvent affecter les os de multiples façons, certaines avec des effets contraires (obésité, niveau d'insuline, hyperglycémie, glycation finissant prématurément dans le collagène). La fréquence des fractures est plus élevée que la normale chez les diabétiques. Alors que le diabète de type 1 est associé à une densité apparente osseuse faible, le diabète de type 2 est associé à une densité apparente osseuse élevée. Mais, à densité minérale osseuse apparente égale, les os atteints des deux pathologies présentent une fragilité anormalement élevée [282].

### 1.1.3.3 Traumatismes osseux

Parmi les traumatismes osseux conduisant à une fracture ou une fêlure, on peut distinguer les chocs violents (accident de voiture, chute par exemple) et l'endommagement par fatigue (sportif de haut niveau, personne obèse). A la violence d'un choc peut s'ajouter le fait que les efforts engendrés s'appliquent dans une direction non-physiologique sur le squelette (chute sur le bassin d'une personne âgée). Les fractures de fatigue de l'os du talon (calcanéum) chez les personnes obèses ou les sportifs de haut niveau sont le résultat d'un chargement important et répétitif. Ces contraintes mécaniques répétées peuvent agrandir progressivement une fissure microscopique. La fissure se propage alors jusqu'à créer la fracture macroscopique.

## 1.2 Le Micro-Endommagement Osseux (MEO) : morphologie, localisation, détection et impacts sur la biomécanique osseuse

### 1.2.1 Caractérisation du micro-endommagement osseux (MEO)

#### 1.2.1.1 Morphologie du MEO

Les formes du micro-endommagement osseux (MEO) créé par les sollicitations mécaniques physiologiques, dit MEO *in vivo*, sont identiques au MEO généré par un essai mécanique endommageant *in vitro* (compression quasi-statique ou fatigue en compression) [259][283]. Trois formes de MEO sont communes à l'os trabéculaire et cortical :

- la fissure linéique isolée (figures 1.66, 1.67, 1.68, 1.69, 1.70, 1.71, 1.72, 1.73, 1.74, 1.75, 1.76, 1.77 et 1.78),
- le réseau de fissures linéiques croisées (figures 1.79, 1.80, 1.81, 1.82, 1.83 et 1.84),
- l'endommagement diffus (figures 1.85, 1.86, 1.87, 1.88, 1.89 et 1.90).

Une autre forme de MEO est propre à l'os trabéculaire : la rupture de travée (figures 1.83). Historiquement, le micro-endommagement dans l'os trabéculaire a d'abord été quantifié par le comptage des micro-cals osseux, ressemblant à des nodules d'environ  $500\mu\text{m}$  de diamètre le plus souvent au centre des travées (figures 1.64 et 1.65). Ces micro-cals ont d'abord été associés à la réparation de ruptures de travées, puis d'autres auteurs ont suggéré que ces nodules étaient formés pour consolider une travée fortement endommagée ou cassée mais dont les deux parties sont toujours en contact. En effet, ils ont observé que, lorsqu'une travée est cassée, les deux morceaux sont souvent résorbés avec le temps [10][283][284]. Le nombre de micro-cals vaut en moyenne 10 par vertèbre et augmente avec l'âge de façon exponentielle comme la densité de fissures linéiques [285]. La majorité des micro-cals dans l'os trabéculaire vertébral est observée sur les travées verticales, soumises à une compression



dans la situation physiologique [285][10]. En outre, la fréquence des micro-cals dans l'os trabéculaire fémoral est beaucoup plus faible [285].

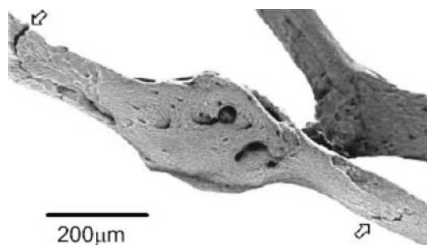


FIGURE 1.64 – Travée fortement sollicitée contenant un micro-cal. Les flèches montrent deux fissures pouvant provoquer une fracture imminente [30].

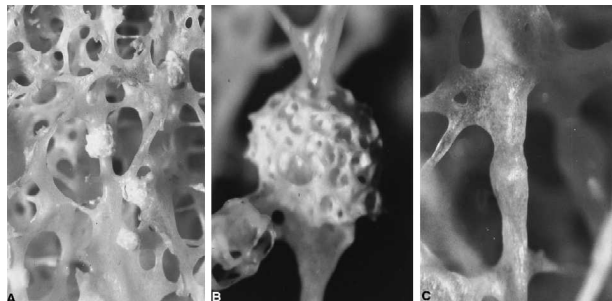


FIGURE 1.65 – Deux types de micro-cals osseux : le stade primaire (noeud poreux) dans l'os trabéculaire vertébral (A) et fémoral (B) et le stade final (lissage du nodule) dans une vertèbre [285].



FIGURE 1.66 – Micro-endommagement *in vivo* coloré au fuchsine basique sur une coupe de travée fémorale humaine, observé en microscopie classique en transmission. De gauche à droite, les flèches montrent une fissure linéique isolée, un réseau de fissures linéiques croisées et un endommagement diffus [286].

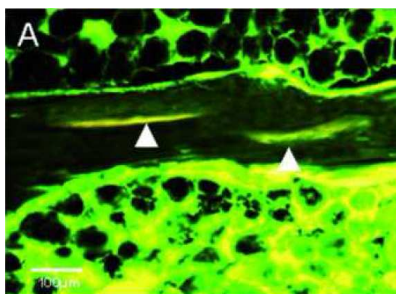


FIGURE 1.67 – Fissures linéiques isolées *in vivo* dans une travée vertébrale humaine, observées en microscopie à épifluorescence [287].

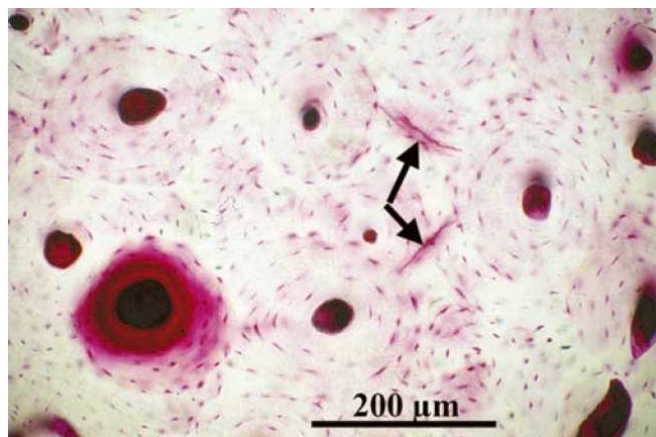


FIGURE 1.68 – Fissures linéiques isolées typiquement générées entre deux ostéons dans l'os cortical (observation en microscopie classique en transmission et coloration au fuchsin basique) [35].

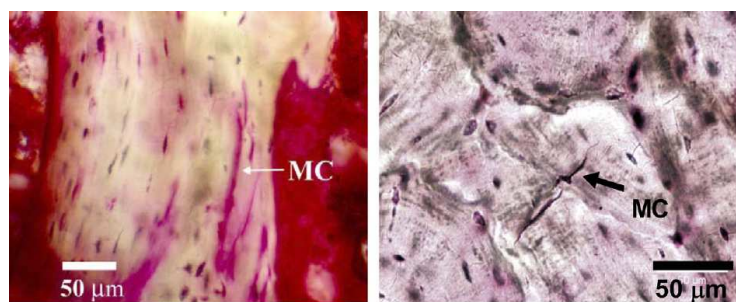


FIGURE 1.69 – Fissures linéiques isolées dans l'os trabéculaire (à gauche) et cortical (à droite) (observation en microscopie classique en transmission et coloration au fuchsin basique) [288].

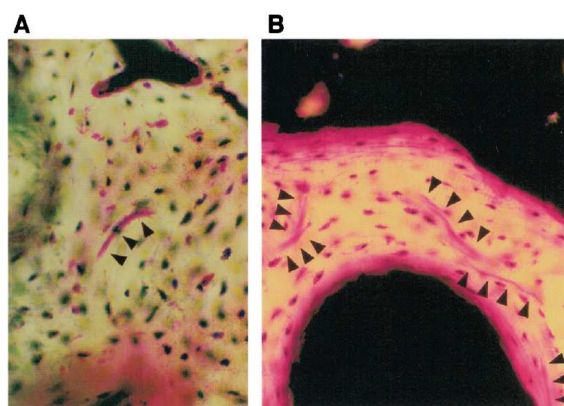


FIGURE 1.70 – Fissures linéiques isolées dans l'os cortical (à gauche) et trabéculaire (à droite) de chien (observation en microscopie classique en transmission et coloration au fuchsin basique) [289].

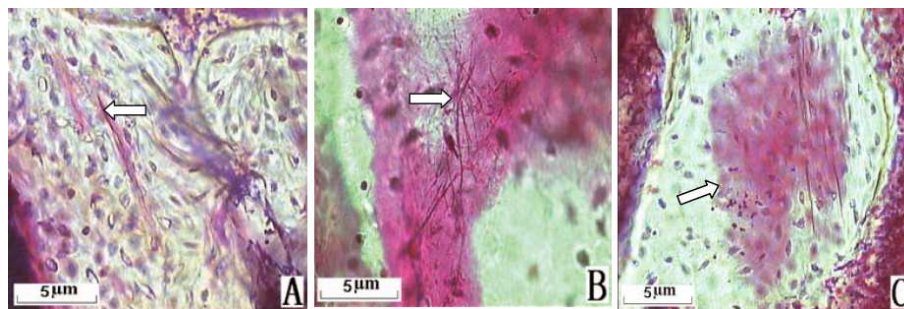


FIGURE 1.71 – Fissures linéiques isolées (A), fissures linéiques croisées emmurées dans une zone d'endommagement diffus (B) et endommagement diffus (C) dans de l'os trabéculaire tibial de rat (observation en microscopie classique en transmission et coloration au fuch sine basique) [290].

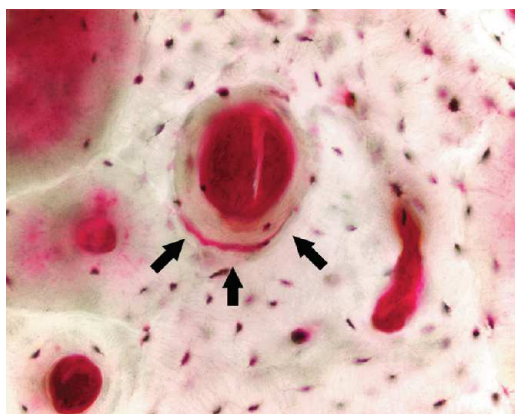


FIGURE 1.72 – Fissure linéique isolée formée dans la ligne cimentante entourant un ostéon dans l'os cortical de chien [291].

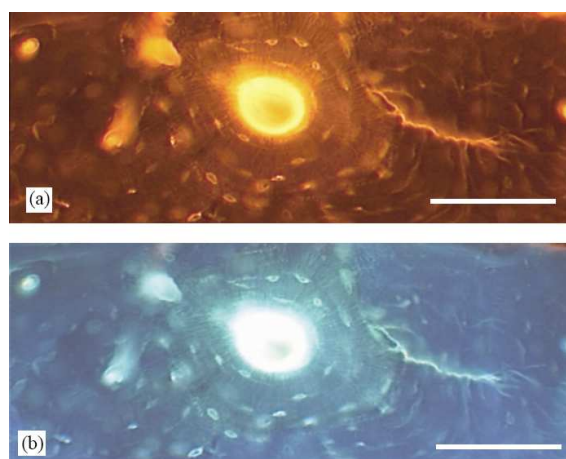


FIGURE 1.73 – Fissure linéique isolée dans l'os cortical humain observée par microscopie à épifluorescence verte (a) et ultraviolette (b) (coloration par calcéine). La barre d'échelle mesure 100  $\mu\text{m}$  [91].

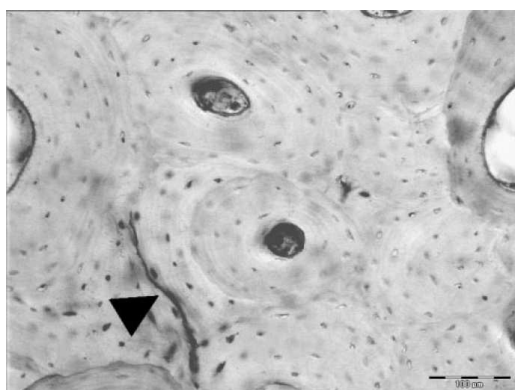


FIGURE 1.74 – Fissure linéique isolée formée dans le tissu interstitiel cortical [292].

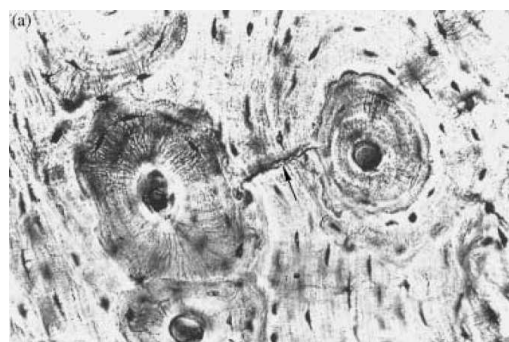


FIGURE 1.75 – Fissure linéique isolée formée entre deux ostéons dans l'os cortical [293].



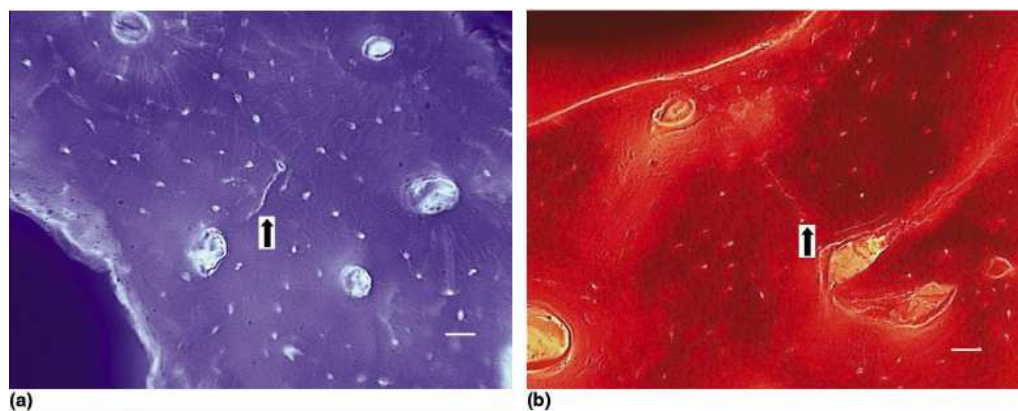


FIGURE 1.76 – Fissure linéique isolée formée dans l’os cortical costal humain observée en microscopie à épifluorescence UV avec teinture à la calcéine bleue (a) et verte avec teinture au xylénole orange (b). La barre d’échelle mesure 50  $\mu\text{m}$  [294].

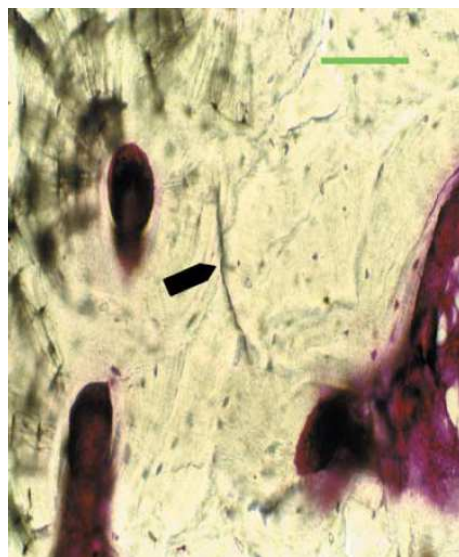


FIGURE 1.77 – Fissure linéique isolée formée dans le tissu interstitiel cortical (observation en microscopie classique en transmission et coloration au fuchsine basique). La barre d’échelle mesure 50  $\mu\text{m}$  [295].

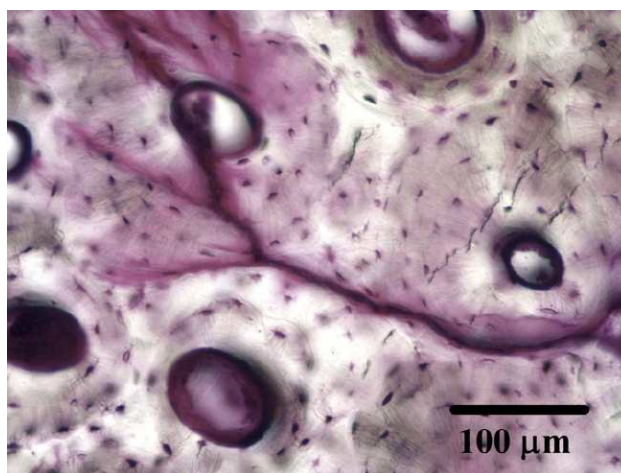


FIGURE 1.78 – Deux types d’interaction entre une fissure linéique et la micro-structure dans l’os cortical : déviation par la ligne cimentante d’un ostéon (à droite) et perforation d’un ostéon (à gauche). La fissure s’est propagée de droite à gauche de l’image (observation en microscopie classique en transmission et coloration au fuchsine basique) [288].

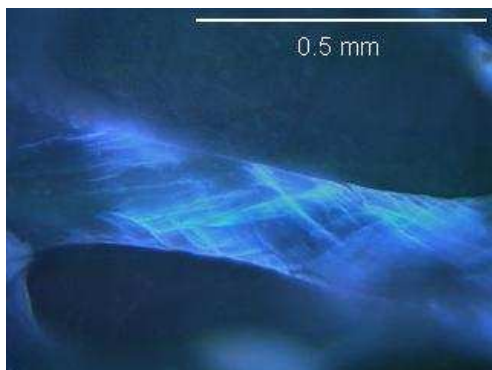


FIGURE 1.79 – Réseau de fissures linéiques croisées égal dans une travée tibiale bovine après un essai de fatigue (observation en microscopie à épifluorescence et coloration à la calcéine bleue) [296].

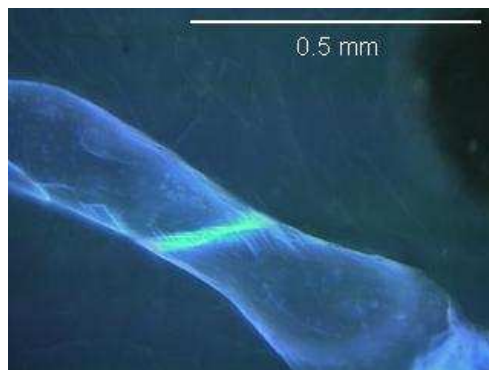


FIGURE 1.80 – Réseau de fissures linéiques croisées inégal dans une travée tibiale bovine après un essai de fatigue (observation en microscopie à épifluorescence et coloration à la calcéine bleue) [296].

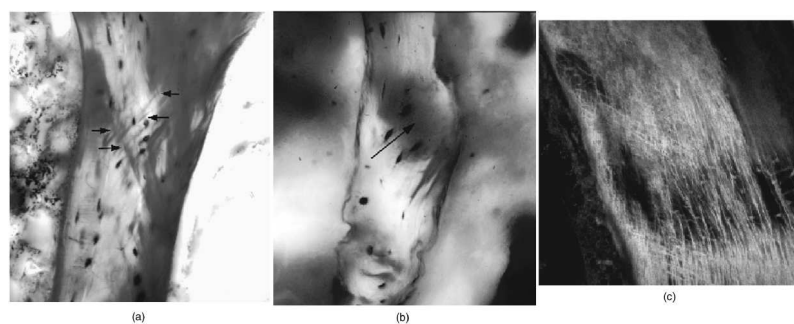


FIGURE 1.81 – MEO *in vivo* de l'os trabéculaire humain : (a) réseau de fissures linéiques croisées, (b) endommagement diffus et (c) endommagement diffus. L'endommagement diffus observé au microscope laser confocal apparaît comme un endommagement ultrastructural composé de fissures sub-microscopiques. Images (a) et (b) observées en microscopie classique en transmission et coloration au fuchsine basique [245].

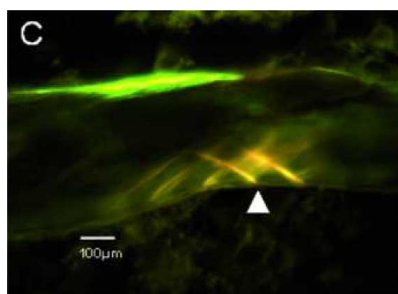


FIGURE 1.82 – Fissures linéiques croisées *in vivo* dans une travée vertébrale humaine, observées en microscopie à épifluorescence [287].

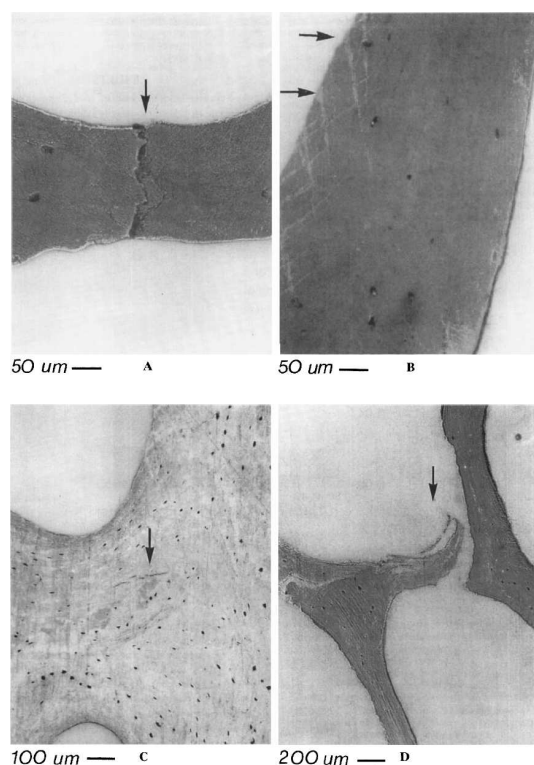


FIGURE 1.83 – MEO trabéculaire tibial bovin après une compression uniaxiale quasi-statique. (a) fissure linéique isolée transversale à l'axe de la travée dans une travée orientée perpendiculairement à la direction du chargement, (b) réseau de fissures linéiques croisées (ou bandes de cisaillement) dans une travée orientée dans la direction du chargement, (c) fissures linéiques parallèles orientées dans l'axe de la travée, (d) fracture complète de travée [297].



FIGURE 1.84 – MEO tibial bovin après un essai de fatigue en compression uniaxiale dans des travées orientées dans la direction du chargement. Fissures linéiques isolées (à gauche) et réseau de fissures linéiques croisées (à droite) colorés par calcéine bleue à 75% de l'essai de fatigue. Fissure linéique oblique traversant la travée (à gauche) colorée par xylénole orange après les 25% restant de l'essai de fatigue (observation en microscopie à épifluorescence) [294].



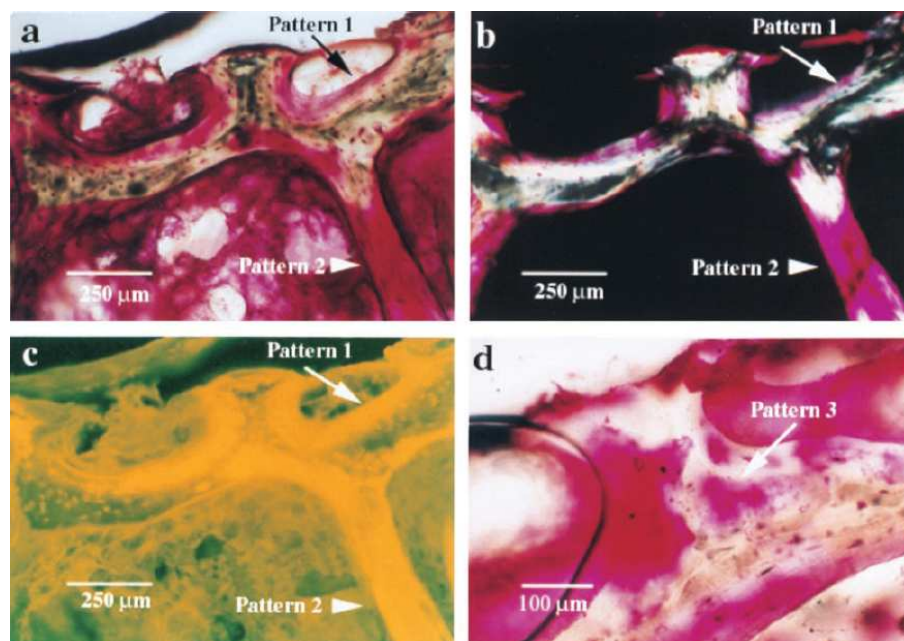


FIGURE 1.85 – Trois motifs d'endommagement diffus *in vivo* dans l'os trabéculaire vertébral humain. (a)-(c) Motifs 1 et 2 observés sous lumière blanche, polarisée et bleue-violette, respectivement. (d) Motif 3 observé sous lumière blanche (coloration au fuchsine basique) [298].

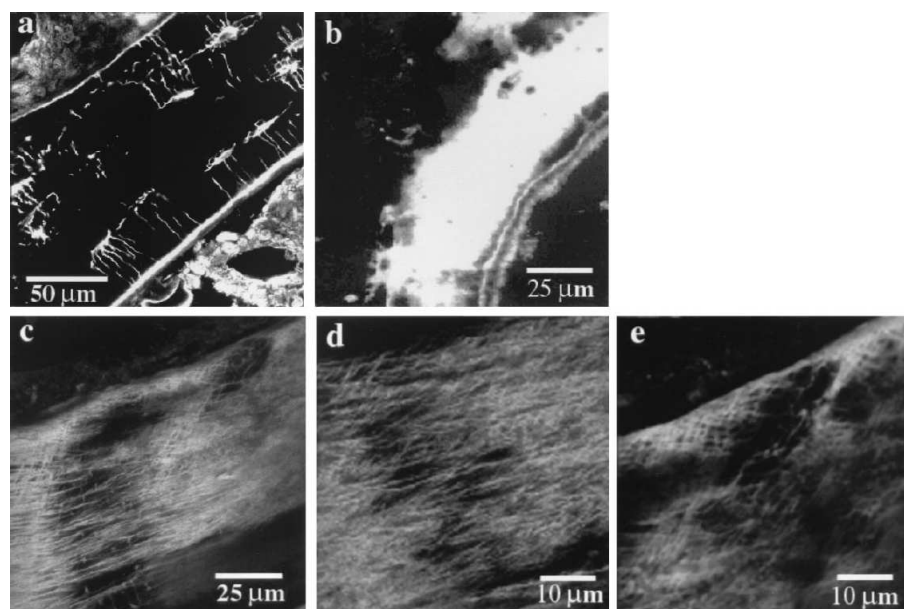


FIGURE 1.86 – Images au microscope laser confocal d'os trabéculaire vertébral humain, (a) sans MEO diffus, (b) le motif 1 ne montre pas de micro-fissure et est associé à un ostéide, (c) les motifs 2 et 3 montrent des fissures sub-microscopiques linéiques et croisées. Les fissures linéiques et croisées sont montrées sous un grossissement plus élevé en (d) et (e) [298]. Les motifs 1 à 3 sont ceux évoqués dans la figure 1.85.



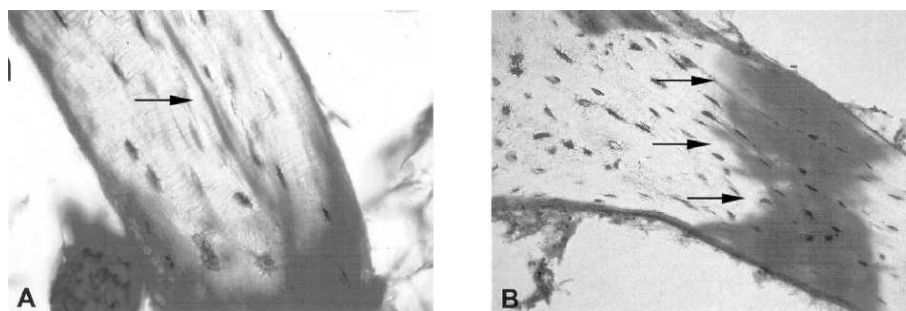


FIGURE 1.87 – MEO *in vivo* dans l'os trabéculaire fémoral humain : (a) fissure linéique isolée parallèle à l'axe de la travée, (b) réseau de fissures linéiques croisées à l'intérieur d'une zone d'endommagement diffus (observation en microscopie classique en transmission et coloration au fuchsine basique) [299].

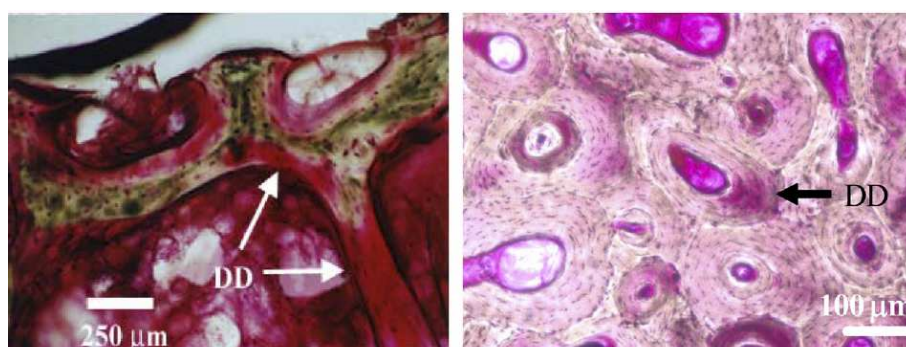


FIGURE 1.88 – Endommagement diffus dans l'os trabéculaire vertébral (à gauche) et l'os cortical tibial (à droite) humain (observation en microscopie classique en transmission et coloration au fuchsine basique) [288].

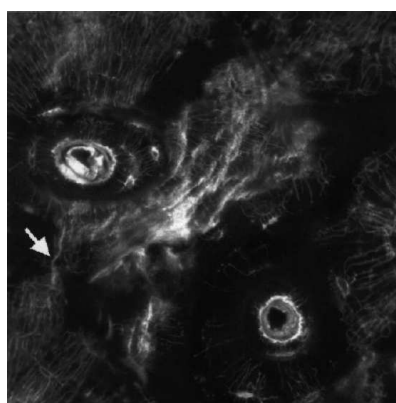


FIGURE 1.89 – MEO dans l'os cortical humain créé par essai de fatigue jusqu'à une réduction de 30% du module élastique observé au microscope laser confocal après teinture au fuchsine basique. La flèche montre une fissure isolée linéique. Un endommagement diffus est visible entre les deux ostéons. La largeur de l'image correspond à 560  $\mu\text{m}$  [237].

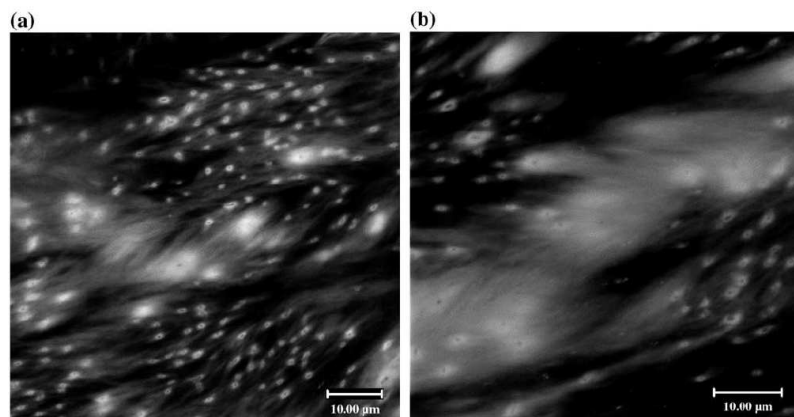


FIGURE 1.90 – L’endommagement diffus apparaît comme un nuage de fissures sub-microscopiques linéiques au microscope laser confocal (image (b) à un grossissement plus élevé) [264].

### 1.2.1.2 Localisation et hiérarchisation du MEO

Compte tenu des différences entre les micro-architectures trabéculaire et corticale, le MEO se forme dans des zones particulières et interagit avec la micro-structure pendant sa propagation (figures 1.91 et 1.92). Dans ce domaine également, l’os cortical a été beaucoup plus étudié que l’os trabéculaire.

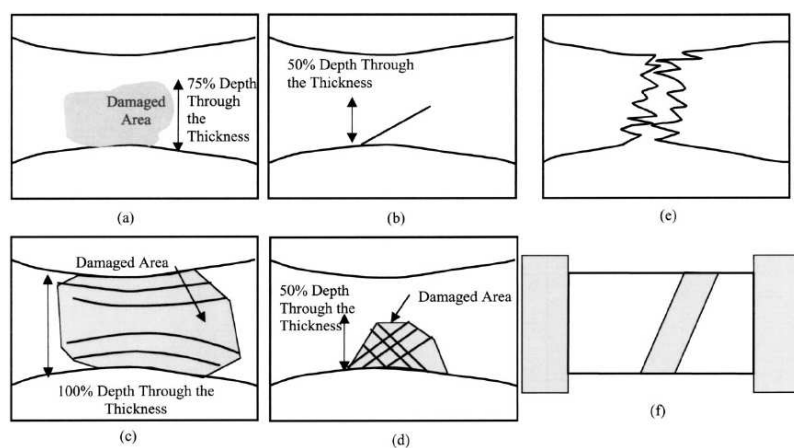


FIGURE 1.91 – Localisations typiques du MEO observé dans l’os trabéculaire. (a) : zone d’endommagement diffus, (b) : fissure linéique isolée oblique, (c) : fissures linéiques parallèles, (d) : réseau de fissures croisées, (e) : rupture complète de travée, (f) : bande d’endommagement oblique visible sur l’échantillon pendant les essais mécaniques en compression [300].

Comme l’os est un matériau composite à plusieurs niveaux, on trouve également une hiérarchisation du micro-endommagement. En effet, alors que l’endommagement diffus n’est pas corrélé avec les

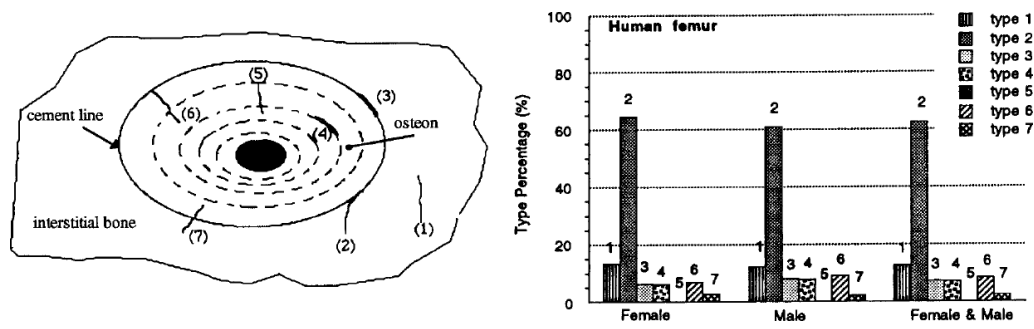


FIGURE 1.92 – Localisations typiques du MEO observé dans l'os cortical tibial et fémoral humain. Le type 2 est le motif le plus courant, la fissure est souvent bloquée entre deux ostéons (voir figures 1.68, 1.74, 1.77 et 1.78) [301].

arrangements lamellaires du tissu cortical, les fissures linéiques interagissent avec la micro-structure, elles sont tantôt bloquées, tantôt déviées par les lignes cémentantes (figures 1.93, 1.94 et 1.95).

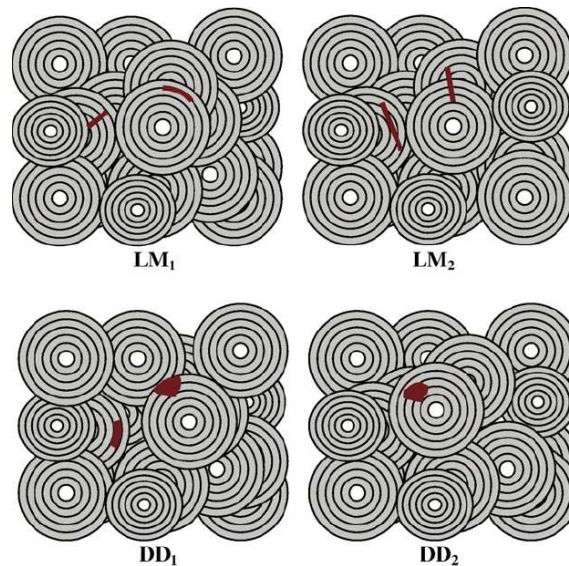


FIGURE 1.93 – Schématisation des interactions possibles entre le MEO et la micro-structure corticale. LM1 : fissure linéique soit formée à une interface lamellaire soit stoppée par une ligne cémentante, LM2 : fissure linéique ni formée à une interface lamellaire ni stoppée par une ligne cémentante, DD1 : endommagement diffus limité à une seule lamelle ou stoppé par une ligne cémentante, DD2 : endommagement diffus ni limité à une seule lamelle ni stoppé par une ligne cémentante. La figure 1.94 reporte la fréquence de chacune des possibilités [302].

Par conséquent, l'endommagement diffus est produit à une échelle inférieure à la micro-structure, c'est à dire à l'échelle des fibres de collagène. A l'instar des matériaux composites renforcés par fibres, l'endommagement diffus résulte probablement de la délamination de fibres de collagène minéralisées [288][302].

Cependant, comme pour l'os cortical (figure 1.94), l'endommagement diffus est majoritairement présent dans les paquets lamellaires trabéculaires (équivalent des ostéons secondaires dans l'os cortical),

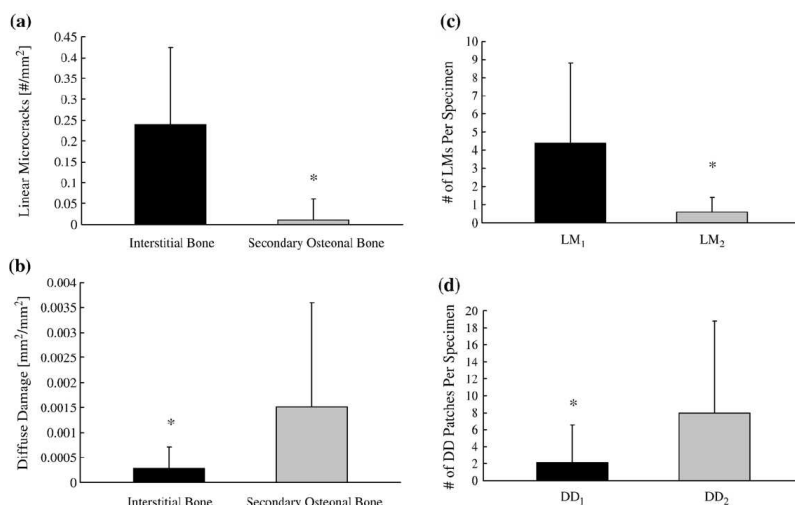


FIGURE 1.94 – Répartition des interactions entre le MEO et la micro-structure reportées dans l’os cortical tibial humain. La plupart des fissures linéiques sont formées dans le tissu interstitiel (a), alors que l’endommagement diffus est majoritairement initié dans le tissu ostéonal secondaire (b). Une majorité de fissures linéiques sont formées à une interface lamellaire ou stoppées par une ligne cimentante (c). En revanche, l’endommagement diffus est le plus souvent ni limité dans une seule lamelle, ni stoppé par une ligne cimentante (d) [302]. Les notations LM1, LM2, DD1 et DD2 sont définies dans la figure 1.93.

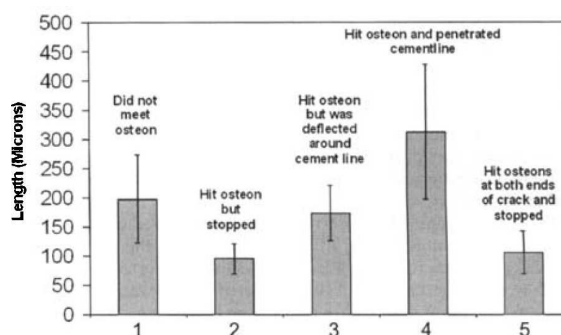


FIGURE 1.95 – Répartition des interactions entre les fissures linéiques et la micro-structure en fonction de leur longueur, dans l’os cortical tibial bovin après un essai de fatigue en compression. [90].

le tissu interstitiel montre peu d’endommagement diffus [298].

Des auteurs se sont également intéressés aux relations entre la longueur des fissures linéiques isolées et le type d’interaction avec la micro-structure corticale après un endommagement mécanique par fatigue. La longueur d’une fissure lorsqu’elle rencontre un ostéon semble déterminer le type d’interaction avec celui-ci. Les fissures de moins de 100  $\mu\text{m}$  lorsqu’elles rencontrent un ostéon sont stoppées dans leur propagation. En revanche, les fissures entre 150 et 300  $\mu\text{m}$  continuent de croître après avoir rencontré une ligne cimentante d’un ostéon secondaire (figure 1.95) [90].

### 1.2.1.3 Techniques de détection pour la quantification du MEO

La découverte des micro-fissures osseuses est attribuée à Frost en 1960 [303]. Les études se sont intéressées plus tardivement à l'endommagement diffus, au milieu des années 1990 [304][305]. La quantité de MEO est le plus souvent mesurée par la densité de micro-fissures, exprimée en nombre de fissures par  $\text{mm}^2$  ou  $\text{cm}^2$ , observées sur une fine tranche d'os<sup>26</sup> teintée avant la coupe au fuch sine basique pour distinguer l'endommagement réel de l'os de celui pouvant être induit par la coupe et des traits de coupe. Plusieurs sites pour l'os trabéculaire et l'os cortical ont été explorés, mais il n'existe aucune étude du MEO dans le calcanéum.

#### *Trois techniques pour l'analyse histomorphométrique 2D du MEO*

Trois techniques sont utilisées en histomorphométrie (figures 1.96, 1.97, 1.98 et 1.99) :

- La microscopie classique en lumière blanche, en transmission, avec teinture au fuch sine basique (coloration rose),
- La microscopie à épifluorescence avec teintures fluorescentes,
- La microscopie laser confocale avec teintures fluorescentes.

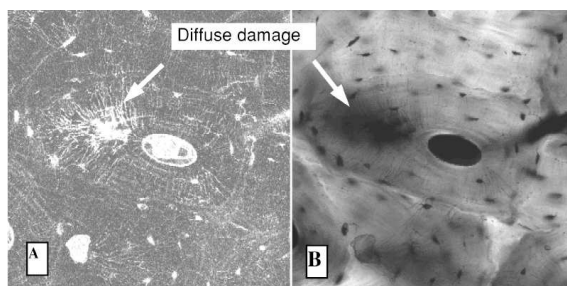


FIGURE 1.96 – Observation en microscopie à épifluorescence (A) et transmission classique (B) d'un endommagement diffus dans l'os cortical (coloration par fuch sine basique) [210]

La microscopie classique en transmission avec teinture au fuch sine basique est la première méthode utilisée pour détecter et quantifier le MEO. Dans les années 1990, l'application de la microscopie à épifluorescence [308] et la microscopie laser confocale ont apporté de nouvelles informations sur le MEO. De fait, ces deux techniques utilisent la fluorescence des colorants, ce qui améliore la détection du MEO. En effet, le nombre de fissures linéiques détectées en microscopie par fluorescence est supérieur au nombre relevé en microscopie classique par transmission, sur les mêmes échantillons d'os cortical [308][309][295]. Les méthodes en fluorescence réduisent aussi les artéfacts produits par la méthode de microscopie classique en transmission (figure 1.99) [308]. En outre, la résolution spatiale permise par la microscopie laser confocale est supérieure et permet une imagerie tridimensionnelle

26. L'observation au microscope classique en transmission nécessite que la tranche d'os soit la plus fine possible. Une tranche d'épaisseur entre 100 et 250  $\mu\text{m}$  est coupée avec une scie à disque diamant basse vitesse, puis parfois rectifiée jusqu'à une épaisseur de 50-80  $\mu\text{m}$  [306][307][290]. Une résine polymère (PMMA) est souvent coulée dans la porosité osseuse après la teinture pour faciliter la coupe.



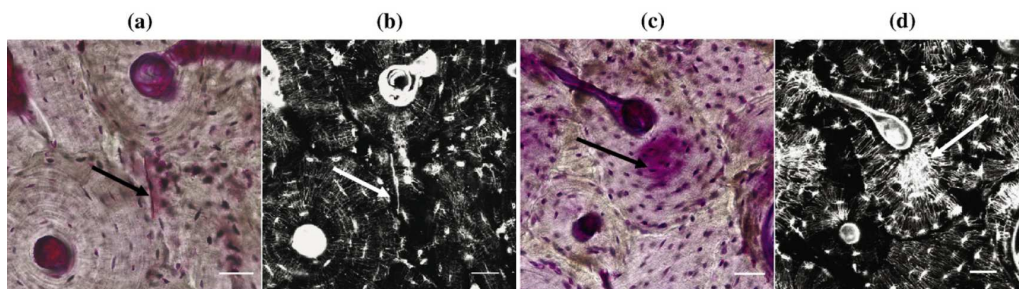


FIGURE 1.97 – MEO *in vivo* (généré pendant la vie de l'individu donneur, il est à distinguer de celui créé *in vitro* par des essais mécaniques) observé en microscopie à épifluorescence (b)(d) et en transmission classique (a)(c) dans l'os cortical tibial humain : fissure linéique (a)(b) et endommagement diffus (c)(d) (coloration par fuchsine basique). La barre d'échelle mesure 50  $\mu\text{m}$  [302].

sur une profondeur d'environ 100  $\mu\text{m}$  [259]. Un microscope laser confocal est néanmoins un appareil coûteux auxquels peu de laboratoire ont accès, c'est pourquoi la microscopie à épifluorescence est de plus en plus utilisée.

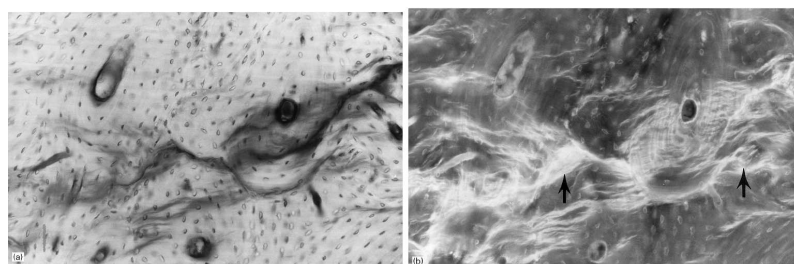


FIGURE 1.98 – MEO observé en microscopie classique en transmission (gauche) et en épifluorescence (droite) dans l'os cortical fémoral de chien après un endommagement mécanique par fatigue en flexion (coloration par fuchsine basique) [309]

Le colorant le plus couramment utilisé est le fuchsine basique, utilisable en microscopie classique en transmission et en fluorescence. Cependant, dans le but d'observer le développement du MEO à différents types et niveaux d'endommagement mécanique (figure 1.100), de faciliter la détection et d'assurer une fixation du colorant plus spécifique sur les parois des fissures<sup>27</sup>, des fluorochromes de couleurs différentes ont été employés en microscopie à épifluorescence : les calcéines bleue et verte, le

27. Une fissure est une cassure de la matrice de collagène minéralisé créant deux surfaces. Cela implique la rupture de liaisons entre atomes, laissant des ions chargés exposés sur les surfaces de la fissure. 55% des ions présents dans l'os cortical sont des ions  $\text{Ca}^{2+}$ . Le fuchsine basique révèle les fissures car il se loge dans toutes les cavités du tissu osseux et il a des affinités chimiques fortes avec les protéines du collagène. Le collagène représente cependant une part du tissu osseux plus faible que la phase minérale, en poids et en volume. C'est pourquoi les fluorochromes sont plus appropriés à la détection du MEO, puisqu'ils ont des affinités chimiques fortes avec les ions présents dans le tissu osseux ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$  et  $\text{Mg}^{2+}$ ) et qu'ils sont fluorescents, facilitant ainsi la détection. Enfin, le fuchsine basique ne permet pas une teinture séquentielle suffisamment nette avec plusieurs couleurs, ce qui est possible avec les fluorochromes [295].

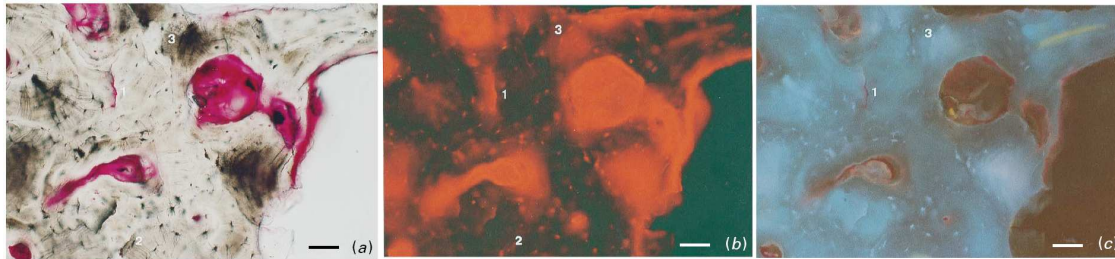


FIGURE 1.99 – Observation du MEO *in vivo* d'os cortical costal humain teint au fuchsin basique en microscopie classique en transmission (a), en épifluorescence verte (b) et en épifluorescence UV (c). L'observation en microscopie classique en transmission (a) montre une fissure colorée en rose (1), mais deux autres fissures candidates apparaissent en noir (2)(3). En épifluorescence verte, la fissure (1) apparaît orange. La fissure candidate (2) n'est pas visible, indiquant que c'est un artéfact, tandis que la fissure candidate (3) est fluorescente. En épifluorescence UV, la fissure (1) apparaît violette indiquant que l'os est teinté en profondeur. Néanmoins, les fissures candidates (2) et (3) n'apparaissent pas, ce sont donc des artéfacts. La barre d'échelle mesure 100  $\mu\text{m}$  [308].

xylénole orange, l'alizarine complexone (rouge) et l'oxytétracycline (jaune) [295][294].

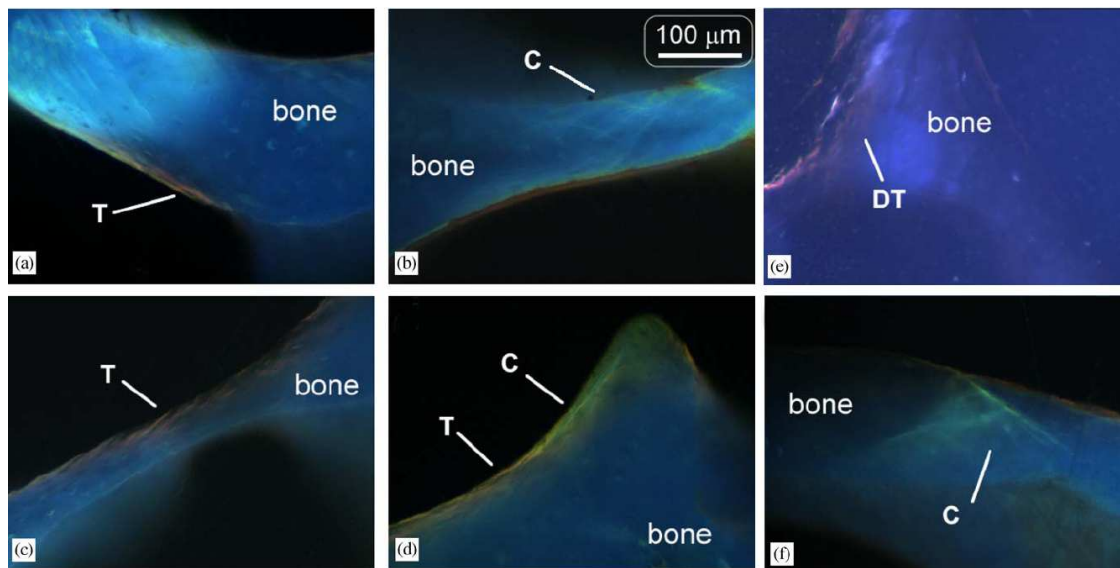


FIGURE 1.100 – Les fluorochromes permettent de distinguer le MEO *in vivo* (coloré par alizarine complexone en bleu) de celui induit par torsion (T, coloré par xylénole orange) et par compression (C, coloré par calcéine en vert) dans l'os trabéculaire tibial bovin. (a) : fissure isolée due à la torsion, (b) : fissures croisées dues à la compression, (c) : fissures parallèles dues à la torsion, (d) : propagation d'une fissure pendant les deux types de chargement, (e) : endommagement diffus dû à la torsion, (f) : fissures croisées dues à la compression [310].

Du reste, on peut se poser la question de l'effet des teintures (fuchsin basique et fluorochromes) sur les propriétés mécaniques osseuses. Une étude reporte que les teintures n'ont pas d'influence si-



gnificative sur la relation contrainte-déformation de l'os cortical fémoral humain en traction [311].

#### *Critères d'identification d'une micro-fissure linéique pour l'histomorphométrie 2D*

La quantification de la densité de micro-fissures linéiques pose le problème de la définition d'une fissure. Les critères d'identification d'une micro-fissure pour la méthode en microscopie classique en transmission et coloration au fuchsine sont les suivants [306] :

1. Elle est de taille intermédiaire, plus grande que les canalicules mais plus petite que les canaux vasculaires.
2. Elle a des bords fins et nets avec un halo de teinture de fuchsine basique autour d'elle.
3. Elle est teinte dans la profondeur de la coupe.
4. Lorsque la profondeur de champ est changée, les extrémités de la fissure sont teintées plus profondément que l'espace intermédiaire.

Les critères d'identification d'une micro-fissure pour la méthode en microscopie à épifluorescence sont les suivants [308] :

1. Elle est de taille intermédiaire, plus grande que les canalicules mais plus petite que les canaux vasculaires. Méthode : fluorescence - lumière incidente verte (546 nm).
2. Elle a des bords fins et nets avec un halo de teinture de fuchsine basique autour d'elle. Méthode : fluorescence - lumière incidente verte (546 nm).
3. Elle est teinte dans la profondeur de la coupe. Méthode : fluorescence - lumière incidente UV (365 nm).
4. Lorsque la profondeur de champ est changée, les extrémités de la fissure sont teintées plus profondément que l'espace intermédiaire. Méthode : microscopie en lumière blanche, grossissement  $\times 225$ .

#### *Techniques pour la quantification 3D du MEO, vers une quantification globale du MEO*

Outre le fait qu'elle soit une quantification partielle, la quantification du MEO par histomorphométrie 2D reste aujourd'hui un travail long et difficile, c'est pourquoi de nouvelles méthodes émergent pour améliorer et faciliter la quantification du MEO.

La microscopie confocale laser permet la mesure volumique du MEO mais sur une profondeur maximale d'environ 150  $\mu\text{m}$  à cause de la forte atténuation du faisceau incident dans le tissu osseux [259]. De plus, cet appareil est coûteux, donc peu accessible.

L'imagerie 3D haute résolution à rayons X réalisée grâce à un synchrotron possède une résolution spatiale suffisante (quelques micromètres) pour imager le MEO (figure 1.101), mais ce type d'appareil est très ionisant et très coûteux donc peu accessible [140]. C'est pourquoi des études récentes proposent d'utiliser l'imagerie 3D par micro-tomographie quantitative à rayons X associée à un traitement chimique visant à fixer un produit sur les interfaces créées par le MEO dans le tissu osseux.

Ces appareils possèdent une résolution spatiale entre 10 et 20 micromètres [312][313]. Le volume où se fixe un complexe plomb-uranyle sulfide (opaque aux rayons X) sur un échantillon trabéculaire de 8 mm de diamètre et 10 mm de hauteur, assimilé au MEO (figure 1.102), augmente de façon exponentielle avec la déformation induite par une compression quasi-statique au delà de la limite élastique apparente. De l'ordre de 1% pour le MEO *in vivo*, la proportion volumique de tissu osseux endommagé atteint 25% dans l'os trabéculaire fémoral humain comprimé jusqu'à 2.25% de déformation. La proportion volumique de tissu détecté comme MEO montre une bonne corrélation avec la diminution du module élastique [312].

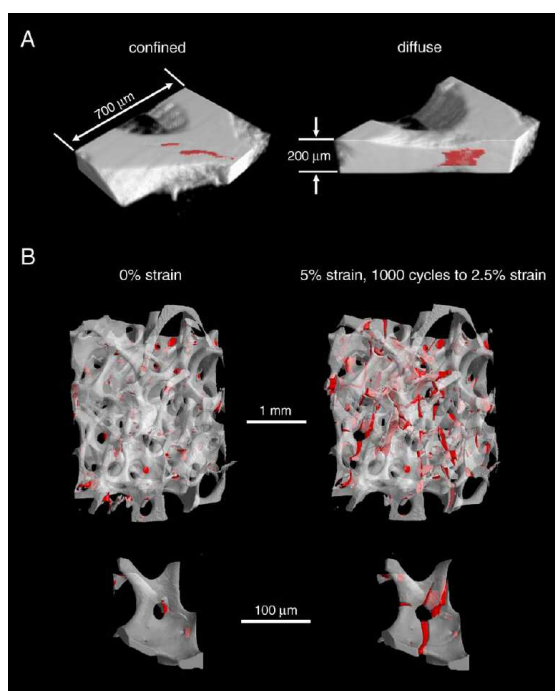


FIGURE 1.101 – Détection volumique du MEO (coloré en rouge) par imagerie haute résolution au synchrotron [140].

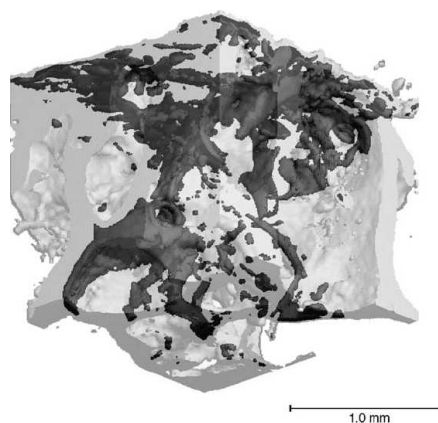


FIGURE 1.102 – Les zones noires sont teintées par le complexe plomb-uranyle sulfide et représentent une mesure volumique du MEO [312].

D'autre part, l'utilisation d'un traitement au sulfate de baryum (se fixant au niveau du MEO) associé à une imagerie par micro-tomographie quantitative à rayons X permet une quantification tridimensionnelle globale du MEO par analyse des électrons rétrodiffusés (figure 1.103) [313]. L'intensité rétrodiffusée associée au sulfate de baryum est significativement plus élevée pour un groupe d'échantillons trabéculaires tibials bovins endommagés par une compression à 3% de déformation.

#### *Quantifier le développement du MEO induit par un ou plusieurs chargements mécaniques*

La distinction du MEO présent avant un endommagement mécanique (MEO *in vivo*) de celui créé par le chargement mécanique *in vitro* est le plus souvent réalisée par l'application de teintures fluorochromes de différentes couleurs puis l'analyse histomorphométrique 2D au microscope [91][295][294]. Cette technique peut être utilisée pour quantifier la progression du MEO induite par deux chargements d'amplitude différente ou deux chargements de types différents (compression et torsion par

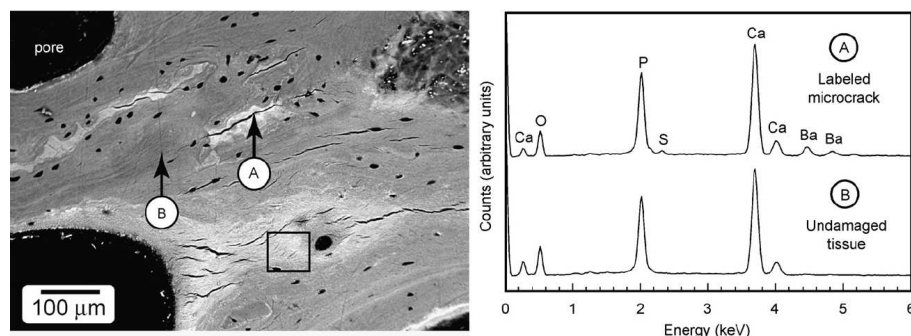


FIGURE 1.103 – Image obtenue par analyse d'électrons rétrodiffusés d'un échantillon trabéculaire traité au sulfate de baryum après un chargement mécanique *in vitro*. L'analyse de l'image permet de distinguer une zone non-teintée (B) et une région où la teinture s'est fixée, ici autour de micro-fissures visibles (A) [313].

exemple).

Néanmoins, d'autres méthodes ont été proposées. Tout d'abord, l'émission acoustique permet de compter le nombre d'événements acoustiques générés par la formation de micro-fissures et de mesurer leurs amplitudes au cours d'un essai quasi-statique endommageant. Cette technique a été appliquée à l'os cortical, les premiers événements acoustiques coïncident avec le dépassement de la limite élastique [314][315]. Les analyses microscopiques montrent également que les premières fissures apparaissent à partir de 0.5% de déformation dans les zones en traction d'un échantillon cortical subissant une flexion [316]. L'émission acoustique est particulièrement employée dans la caractérisation des modes de rupture des matériaux composites renforcés par fibres. D'autre part, une méthode employant l'effet de blanchiment de régions soumises à de fortes contraintes, similaire à celui observé dans les polymères, permet également la détection et la quantification du MEO induit pendant une compression quasi-statique par le niveau de brillance de photos, les zones les plus blanches correspondent à des concentrations de contraintes et des micro-fissures sont effectivement générées dans ces zones (figures 1.104 et 1.105) [229].

#### 1.2.1.4 Histomorphométrie 2D du MEO

La quantification du MEO qui s'exprime sous quatre formes distinctes est problématique. Comment quantifier un réseau de cinq fissures linéiques croisées, au regard des fissures linéiques isolées ? **Cinq** fissures linéiques ou **un** réseau de fissures linéiques croisées ? En substance, faut-il raisonner en nombre de fissures linéiques détectées ou en terme de zone de tissu endommagé ? Cette question aura probablement une réponse lorsque nous saurons comment chacune des quatre formes du MEO impacte les propriétés mécaniques des os.

Les études histomorphométriques des fissures linéiques reportent le plus souvent deux paramètres : la densité de fissures (en nombre de fissures par  $\text{mm}^2$  ou  $\text{cm}^2$ ) et la densité surfacique de fissures,

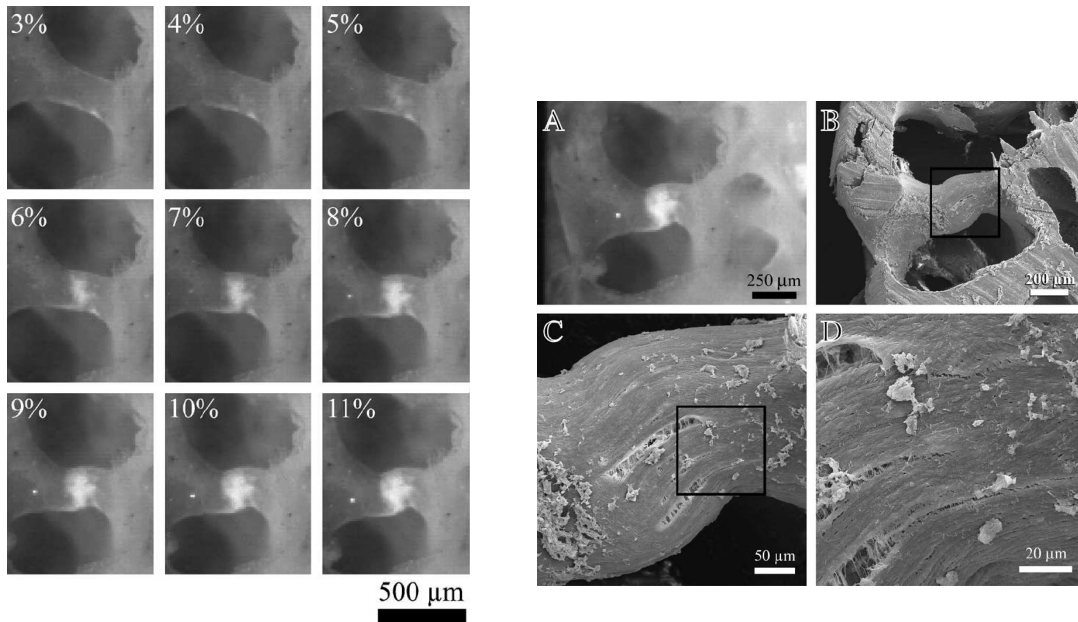


FIGURE 1.104 – Visualisation de l’aug- de contrainte par photo-élasticité (A). La zone mentation de l’intensité du blanchiment de de forte brillance sur la photo (A) montre des la zone d’une travée et de l’extension de micro-fissures sur les images obtenues en mi-cette zone au cours de la déformation en croscopie à balayage électronique (B)(C)(D) compression [229]. [140].

calculée en rapportant la longueur moyenne des fissures sur la densité de fissures. Ces deux grandeurs sont hautement corrélées positivement entre elle pour le MEO *in vivo* [197][259]. Mais la longueur moyenne des fissures n’est pas bien corrélée avec le nombre de fissures, indiquant que la longueur cumulée des fissures augmente par création de nouvelles fissures [259]. Pour l’os trabéculaire bovin, l’endommagement *in vitro* créé par compression quasi-statique pour une déformation croissante a aussi permis de vérifier que le niveau d’endommagement augmente par la création de nouvelles fissures et non par la propagation des fissures existantes (figure 1.106) [317].

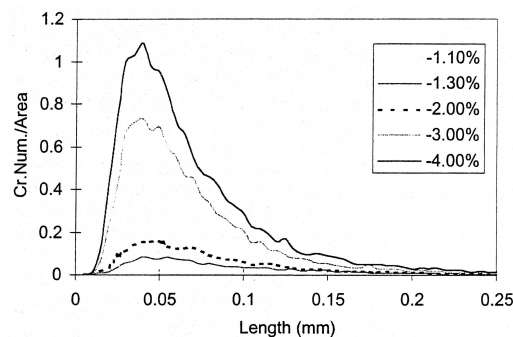


FIGURE 1.106 – Pendant un endommagement progressif en compression quasi-statique, la densité de fissures augmente mais la longueur moyenne ( $65\mu\text{m}$ ) et la longueur de fissure la plus fréquente ( $40\mu\text{m}$ ) restent constantes dans l’os trabéculaire tibial bovin [318].

Les fissures linéiques *in vivo* mesurent entre 30 et  $110\mu\text{m}$  dans l’os trabéculaire humain [8][299][27][294],

mais dans l'os cortical humain leur longueur peut atteindre 1 mm [301][197][319][318]. La géométrie tridimensionnelle des micro-fissures ressemble à une feuille plane ou incurvée de forme ellipsoïdale (figure 1.107) [259]. Le rapport d'aspect (longueur/largeur) de micro-fissures générées par un essai de fatigue dans l'os cortical, mesuré en 3D par microscopie laser confocale, vaut 5.5 en moyenne [318], proche d'une estimation analytique à partir des données histomorphométriques 2D [320].

La densité de fissures linéiques isolées *in vivo* reportée dans l'os cortical et trabéculaire varie de 0.1 fissure par  $mm^2$  à 15 fissures par  $mm^2$ . Les réseaux de fissures linéiques croisées sont généralement pris en compte en comptabilisant et en mesurant chacune des fissures composant le motif [317].

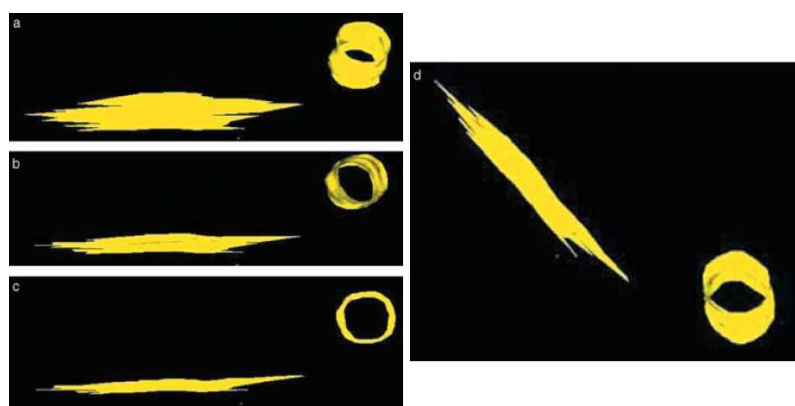


FIGURE 1.107 – Visualisation tridimensionnelle d'une micro-fissure dans l'os cortical obtenue par microscopie confocale laser. La forme cylindrique est un trou percé dans l'échantillon pour faciliter la visualisation de la fissure [318].

La quantification de l'endommagement diffus est exprimée en  $mm^2/mm^2$  ou pourcentage surfacique de tissu osseux endommagé. La densité surfacique d'endommagement diffus *in vivo* vaut entre 5 et 50% dans l'os trabéculaire vertébral [226] mais est beaucoup plus faible dans l'os cortical (entre 0.1% et 3%) [302][321].

Dans l'os trabéculaire, la corrélation entre la densité de fissures linéiques et la densité d'endommagement diffus est mauvaise [298][286][259]. En effet, la relation entre ces deux formes du MEO reste équivoque.

Enfin, les ruptures de travées sont comptabilisées et leur nombre est rapporté à la surface analysée de tissu trabéculaire. La densité de rupture de travées *in vivo* est très faible, typiquement inférieure à une rupture complète de travée par  $cm^2$  (tissu et pores) dans l'os trabéculaire bovin [300][317][297]. Notons que pour l'os trabéculaire, les études publiées rapportent le nombre de fissures linéiques et de ruptures de travées, soit à la surface totale d'os trabéculaire analysée (tissu et pores), soit à la surface de tissu uniquement.

### 1.2.1.5 Évolution du micro-endommagement *in vivo* en fonction de l'âge

La densité surfacique de micro-fissures (nombre/mm<sup>2</sup>) moyenne augmente de façon exponentielle avec l'âge ( $r^2 = 20$  à 70%) dans le tissu cortical fémoral et tibial [197][322][301][323] et dans le tissu trabéculaire fémoral [286][299][27] et vertébral [8][287]. La dispersion des valeurs de densité de fissures augmente aussi au cours du vieillissement dans l'os cortical (figures 1.108 et 1.109) et dans l'os trabéculaire (figures 1.110 et 1.111). Une étude reporte, de plus, que la densité de micro-fissures augmente avec l'âge dans la couche corticale de la tête de fémur à l'endroit où les fractures surviennent chez les personnes âgées ostéoporotiques [326]. Ceci laisse à penser que l'aptitude du tissu osseux à générer des micro-fissures linéiques augmente pendant le vieillissement et/ou le remodelage osseux devient moins efficace dans sa tâche de résorption des fissures<sup>28</sup>. Une étude récente a réalisé un endommagement par fatigue en compression sur des rats vivants jeunes et âgés au niveau de l'os trabéculaire du fémur distal. Une augmentation de la densité de fissures linéiques a bien été constatée entre les rats ayant subi l'endommagement *in vivo* et le groupe de contrôle non endommagé. Après 35 jours de repos, les jeunes rats possédaient une densité de fissures identique à celle du groupe de contrôle, indiquant une résorption des fissures créées par l'endommagement, alors que la densité de fissures des rats âgés était toujours supérieure à celle du groupe de contrôle, suggérant une résorption plus faible des fissures [324].

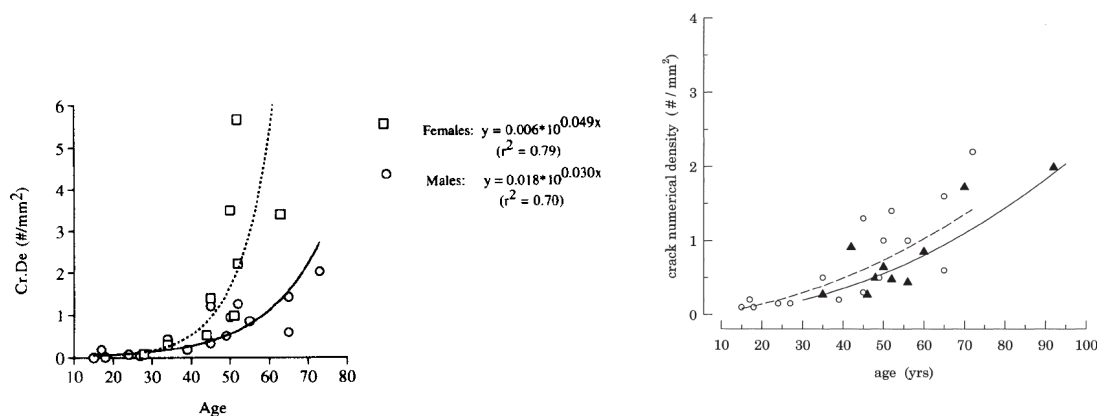


FIGURE 1.109 – Densité de micro-fissures

FIGURE 1.108 – Densité de micro-fissures linéiques en fonction de l'âge dans l'os cortical fémoral humain masculin. Les ronds vides représentent les résultats de la figure 1.108 pour les hommes [323]. Les carrés vides représentent les résultats de la figure 1.108 pour les femmes [323].

Les études menées sur plusieurs sites osseux humains corticaux et trabéculaires montrent que la densité de fissures, mesurée par coloration au fuch sine basique, varie entre 0.1 fissure par mm<sup>2</sup> pour une personne jeune à 10 fissures par mm<sup>2</sup> pour certaines personnes âgées [325][323][197][27][299]. Dans le cas de l'os cortical fémoral, une corrélation positive entre la porosité et la densité de fissures

28. En outre, chez les athlètes et les militaires, les efforts mécaniques élevés que leurs squelettes endurent conduisent à une accumulation du micro-endommagement et à des fractures de fatigue [295].



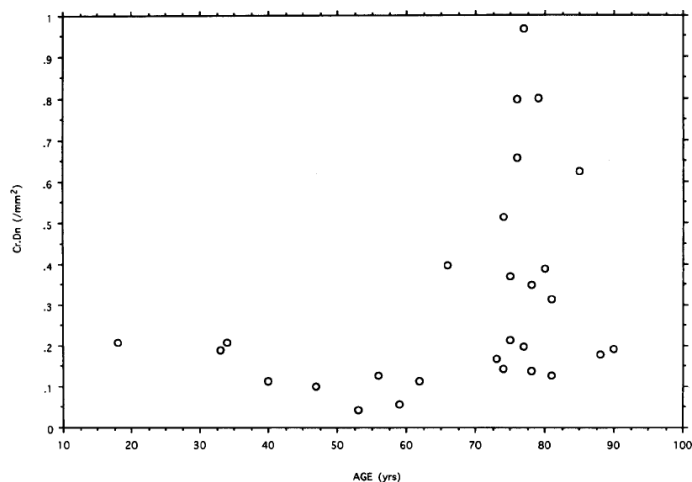


FIGURE 1.110 – Densité de micro-fissures linéiques en fonction de l'âge dans l'os trabéculaire fémoral humain [27].

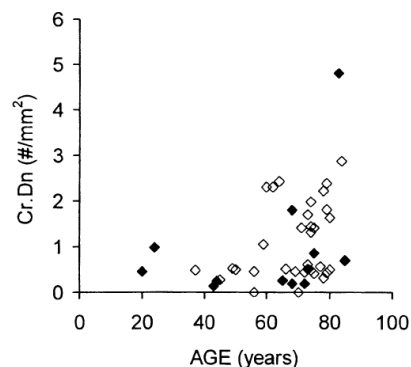


FIGURE 1.111 – Densité de micro-fissures linéiques en fonction de l'âge dans l'os trabéculaire fémoral humain. Pas de différence significative entre des sujets atteints d'ostéoarthrite (losange vide) et des sujets sains (losange plein) [299].

est reportée parfois faible ( $r^2=0.11$ ) [322], parfois bonne ( $r=0.84$ ) [197]. Pour l'os trabéculaire, cette corrélation est reportée tantôt mauvaise dans l'os trabéculaire fémoral [286] et vertébral ( $r^2=0.14$ ) [327], tantôt moyenne dans l'os trabéculaire vertébral ( $r^2=0.25-0.64$ ) [8] ( $r=-0.55$ ) [287]. De fait, indépendamment de la porosité, l'aptitude à générer des micro-fissures serait probablement aussi déterminée par l'arrangement lamellaire du tissu et la micro-architecture trabéculaire (SMI, anisotropie) [328][287].

A cause de l'augmentation de la porosité des os, la moyenne et le coefficient de variation des contraintes de cisaillement évaluées par la contrainte de von Mises<sup>29</sup>, augmentent pendant le vieillissement. Ce phénomène pourrait être une des causes de l'augmentation de la densité de fissures linéiques pendant le vieillissement [329][330].

En outre, la morphologie du MEO change pendant le vieillissement. En effet, l'endommagement diffus est la forme de MEO la plus courante chez les sujets jeunes alors que les fissures linéiques sont la forme de MEO principale chez les personnes âgées (figures 1.112, 1.113 et 1.114). Ce constat a été fait pour le MEO *in vivo* [302] et l'endommagement induit par un essai de fatigue en flexion [264]. Contrairement aux micro-fissures linéiques, le pourcentage surfacique de tissu osseux montrant de l'endommagement diffus montre une corrélation non significative avec l'âge pour l'os cortical fémoral [322] et l'os trabéculaire vertébral [298]. Néanmoins, une étude sur l'os cortical tibial reporte un

29. La contrainte équivalente de Von Mises  $\bar{\sigma}$  est une façon d'évaluer les contraintes de cisaillement. Elle est calculée à partir du second invariant du tenseur déviatorique des contraintes qui montre des relations fortes avec l'endommagement de cisaillement dans les matériaux.  $\bar{\sigma} = 1/\sqrt{2} \times \sqrt{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2}$ , où  $\sigma_i$  est la contrainte dans la dimension  $i$  de l'espace.



pourcentage surfacique significativement plus élevé pour un groupe de sujets jeunes, âgés de 40 ans  $\pm 10$ , que pour un groupe dont l'âge vaut 83 ans  $\pm 3$  [302].

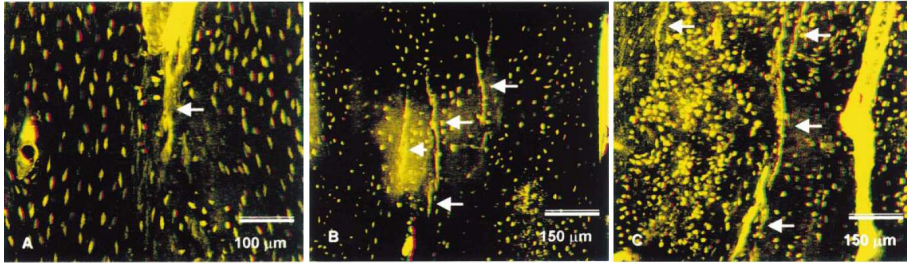


FIGURE 1.112 – MEO observé en microscopie laser confocale dans l'os cortical fémoral humain pour un sujet de 35 ans (A), 56 ans (B) et 92 ans (C). Dans l'os cortical de l'adulte jeune, les fissures linéiques sont accompagnées d'endommagement diffus. Au cours du vieillissement, l'endommagement diffus devient beaucoup moins présent et les extrémités des fissures deviennent plus fines et nettes [217].

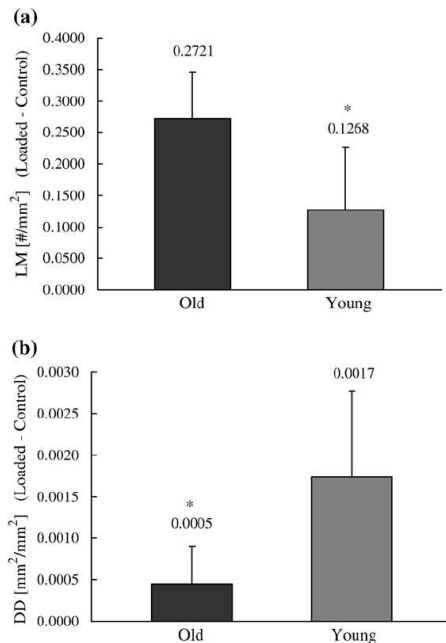


FIGURE 1.113 – A la suite d'un endommagement par fatigue en flexion, l'os cortical de sujets âgés a développé plus de fissures linéiques (LM) dans la zone de compression que celui des sujets jeunes (a). Au contraire, l'os cortical des sujets jeunes a développé plus d'endommagement diffus (DD) dans la zone de traction que celui des sujets âgés (b) [264].

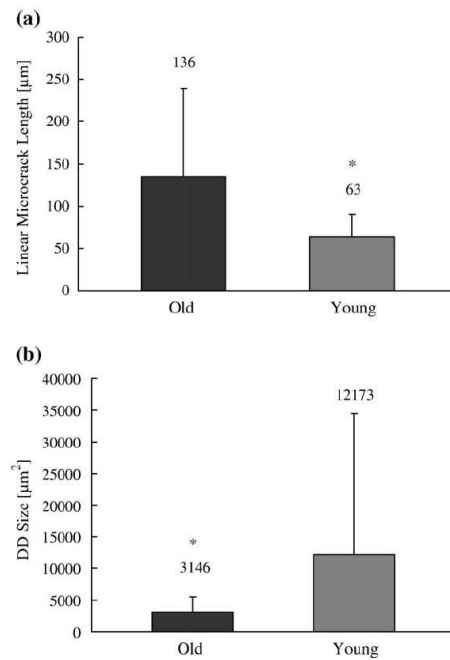


FIGURE 1.114 – A la suite d'un endommagement par fatigue en flexion, l'os cortical de sujets âgés a développé des fissures linéiques plus longues que celui des sujets jeunes (a). Au contraire, l'os cortical des sujets jeunes a développé des zones d'endommagement diffus (DD) plus larges que celui des sujets âgés (b) [264].

### 1.2.1.6 Morphologies de l'endommagement et types de sollicitation mécanique

La morphologie du MEO est déterminée par le type de sollicitation mécanique. En effet, l'os cortical soumis à une compression développe majoritairement des fissures linéiques isolées ou croisées (figures 1.115, 1.116, 1.117 et 1.118). Au contraire, l'os cortical soumis à une traction génère principalement un endommagement diffus (figures 1.115, 1.116, 1.118 et 1.119) [331][332].

Le tissu osseux en compression développe des fissures linéiques croisées orientées à  $\pm 45^\circ$  de la direction du chargement. Les angles formés par ces motifs, dits « bandes de cisaillement », correspondent aux directions de cisaillement maximal. Lors d'une compression intense, le tissu osseux semble donc céder par cisaillement.

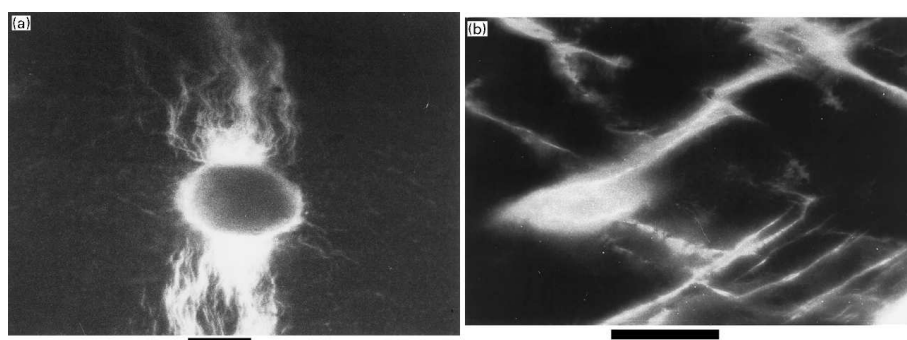


FIGURE 1.115 – Os cortical tibial bovin après un chargement en flexion. Les zones en traction développent de l'endommagement diffus (A), alors que les zones en compression montrent des fissures linéiques croisées (B). Le chargement s'est effectué dans la direction de la longueur des images. Les formes ellipsoïdales foncée (A) et claire (B) sont des vaisseaux sanguins. La barre d'échelle mesure  $50\mu\text{m}$  [83].

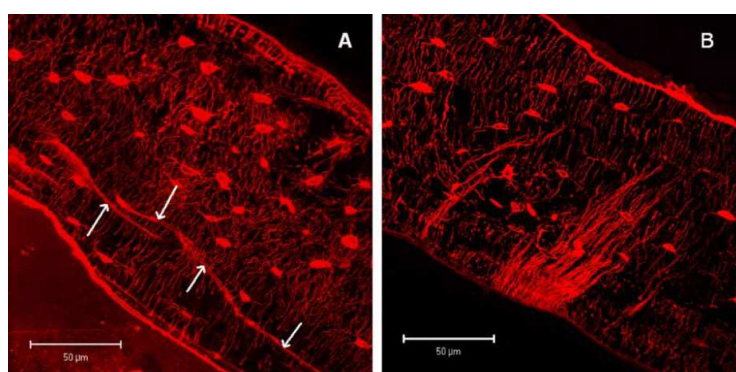


FIGURE 1.116 – Image au microscope laser confocal d'os cortical de chauve-souris après un test de fatigue en flexion. Les zones en compression montrent des fissures linéiques (A), alors que les zones en traction développent de l'endommagement diffus formé par des nuées de petites micro-fissures (B) [83].

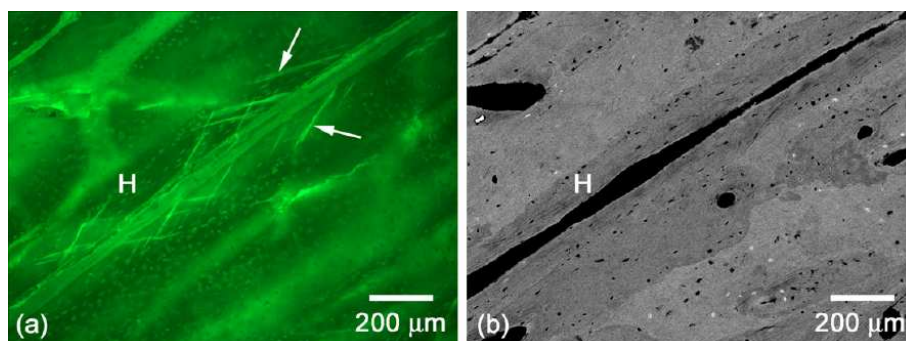


FIGURE 1.117 – Fissures linéiques croisées confinées dans un système de Havers (H) ayant subi une compression dans la direction diagonale de l'image (haut-droite vers bas-gauche) observées en microscopie à épi-fluorescence (a) et microscopie électronique à balayage (électrons rétrodiffusés) (b) [332].

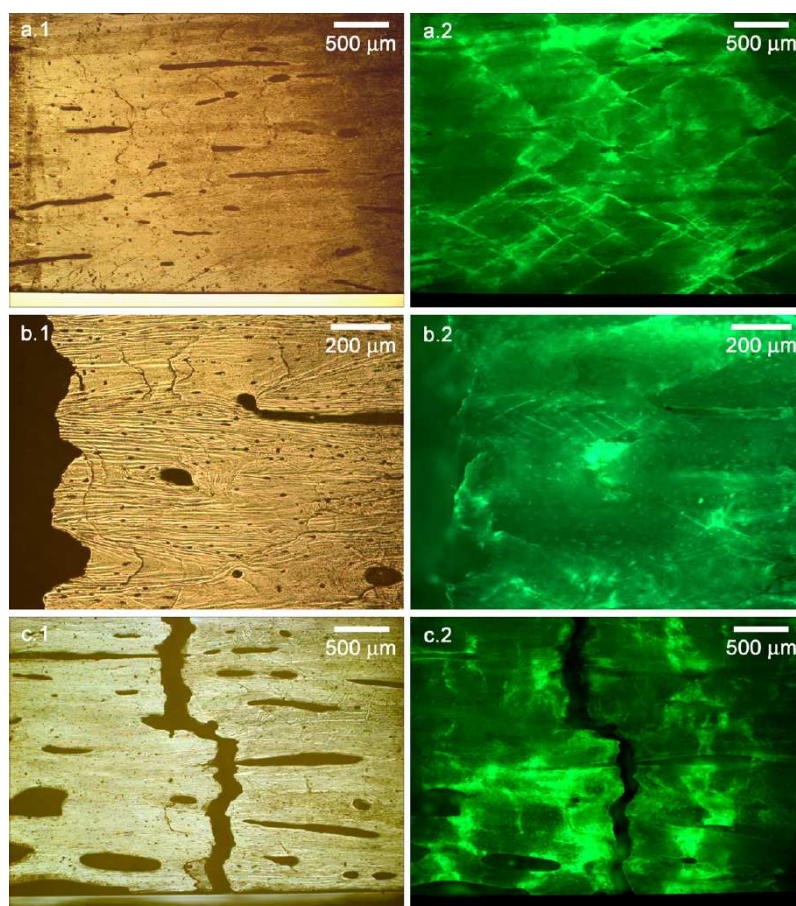


FIGURE 1.118 – Morphologies du MEO cortical humain en flexion vues en microscopie classique en réflexion (à gauche) et en épi-fluorescence (à droite) : (a) surface en compression montrant des fissures linéiques croisées loin du lieu de la rupture finale; (b) surface en compression montrant un micro-endommagement dit « scale-type » proche de la rupture finale, uniquement visible en microscopie classique en réflexion; (c) surface en traction présentant de l'endommagement diffus près de la région de la rupture. Le chargement s'est effectué dans la direction de la largeur des images (de gauche à droite). [332].



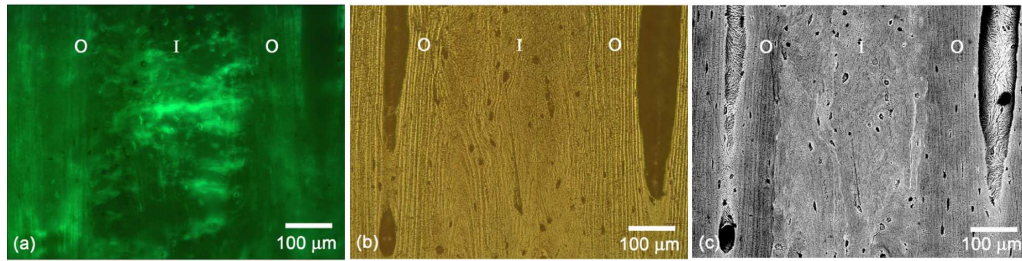


FIGURE 1.119 – Endommagement diffus créé dans une zone en traction dans l'os cortical ostéonal (O) et interstitiel (I) observé en microscopie en épi-fluorescence (a), microscopie classique (b) et microscopie électronique à balayage (électrons rétrodiffusés) (c). Le chargement s'est effectué dans la direction de la hauteur de l'image [332].

Du reste, les composants de la micro-porosité (canaux et lacunes ostéocytaires) du tissu osseux agissent comme des concentrateurs de contraintes, à l'instar d'un trou percé dans un échantillon en traction (figures 1.115 et 1.120) [333].

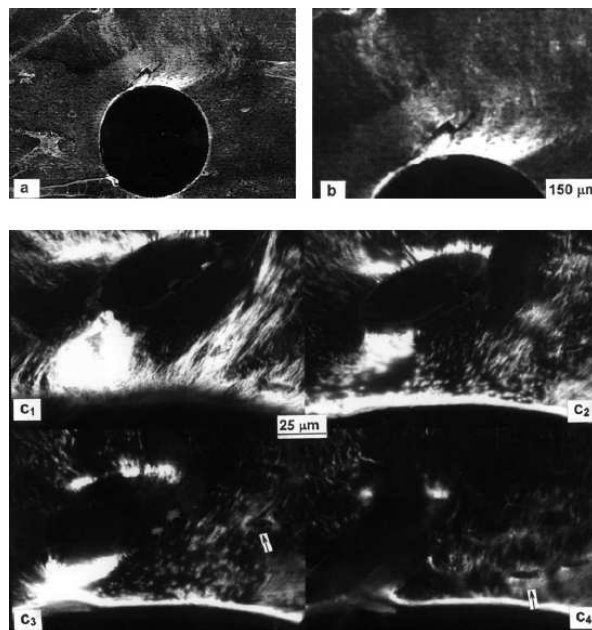


FIGURE 1.120 – Développement d'endommagement diffus autour d'un trou percé dans un échantillon d'os cortical fémoral humain soumis à une traction uniaxiale d'environ 70 MPa (observation au microscope laser confocal) (a)(b). Un grandissement plus élevé (x60) permet de visualiser les innombrables petites micro-fissures formant l'endommagement diffus. Les sections (c1-c4) sont distantes de 10 μm en profondeur. Les flèches sur (c3) et (c4) montrent de l'endommagement diffus autour d'ostéocytes [334].

Par ailleurs, la densité de fissures linéiques *in vivo* dans l'os cortical fémoral et tibial humain est plus faible dans le quadrant postérieur que dans le quadrant antérieur des sections transverses de diaphyses [323][301], conséquence probable de contraintes de compression plus élevées dans le quadrant antérieur que dans le quadrant postérieur.

Pour le cas particulier de l'os trabéculaire, une étude a vérifié le degré de corrélation entre la densité de fissures linéiques *in vivo* et l'importance des contraintes de cisaillement dans l'os trabéculaire vertébral humain [327]. Les auteurs ont mesuré la densité de fissures linéiques et d'endommagement diffus par la méthode classique au fuchsine basique, et calculé les contraintes de cisaillement par simulation en éléments finis tridimensionnelle. La densité de fissures linéiques montre une corrélation moyenne ( $r^2 = 0.40$ ) avec l'amplitude et plus particulièrement le coefficient de variation des contraintes de cisaillement évaluées par la contrainte de Von Mises. Des études en éléments finis ont montré que pour une porosité supérieure à 88%, le coefficient de variation de la contrainte de von Mises augmentait dramatiquement [335][336][330]. Ceci pourrait expliquer pourquoi la corrélation entre la densité de fissures linéiques et la porosité dans l'os trabéculaire est tantôt significative dans les vertèbres très poreuses [8] et tantôt mauvaise dans des sites trabéculaires fémoral et vertébral moins poreux [327][286].

Néanmoins la densité d'endommagement diffus ne montre pas de corrélation significative avec le niveau et les variations des contraintes de cisaillement dans l'os trabéculaire vertébral [327]. La corrélation entre la densité de fissures linéiques et la densité d'endommagement diffus *in vivo* dans l'os trabéculaire vertébral n'est pas non plus significative [298].

L'observation du MEO créé par une compression quasi-statique uniaxiale dans la direction principale architecturale d'échantillons trabéculaires montre que les fissures linéiques croisées apparaissent le plus souvent au centre des travées orientées dans la direction du chargement, où le cisaillement dû à la flexion serait élevé, alors que l'endommagement diffus se situe préférentiellement vers les extrémités des travées [283][317].

Une étude récente sur l'os trabéculaire tibial bovin a permis de corréler l'endommagement créé par une compression quasi-statique, détecté par une analyse histologique 2D en microscopie à épifluorescence, et la distribution des contraintes de von Mises calculée par une simulation éléments finis (figure 1.121) [337]. Les ruptures de travées sont détectées par imagerie 3D en micro-tomographie rayons X. Toutes les travées qui ont cassé pendant la compression enduraient de fortes concentrations de contraintes. Les micro-fractures de travées orientées dans la direction du chargement correspondaient à une concentration de contraintes en compression, conduisant au flambage. Les micro-fractures de travées orientées perpendiculairement à la direction du chargement correspondaient à une concentration de contraintes en compression et en traction, conduisant à des ruptures en flexion et en cisaillement. Néanmoins la plupart des régions montrant des concentrations de contraintes de Von Mises n'a pas donné lieu à une rupture de la travée. De plus, cette étude a évalué la déformation locale nécessaire à l'initiation du micro-endommagement en compression entre 0.46 et 0.63% (valeurs en accord avec celles trouvées dans l'os cortical autour de 0.5% [338]) et en traction entre 0.18 et 0.24% [337]. Aussi, le MEO s'initie bien avant la limite élastique apparente de l'os trabéculaire.

Enfin, une étude très récente indique que la durée de vie en fatigue diminue lorsqu'un échantillon

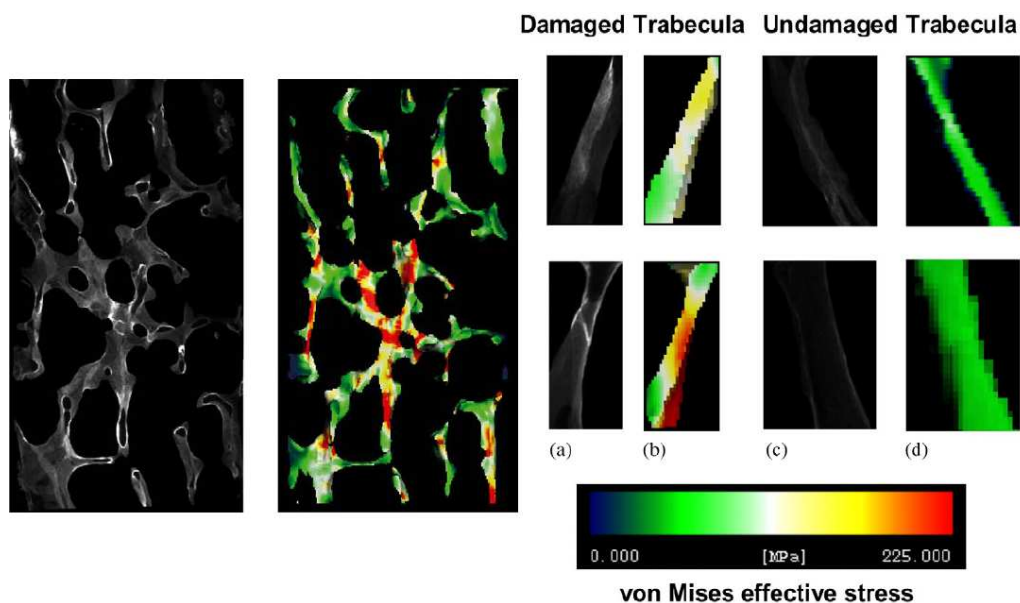


FIGURE 1.121 – Correspondance entre le MEO généré par une compression quasi-statique dans l'os trabéculaire bovin détecté par microscopie en épi-fluorescence et la distribution de la contrainte de von Mises calculée par modélisation en éléments finis pour une large zone (à gauche), pour des travées endommagées (a)(b) et pour des travées non-endommagées (c)(d) [337].

trabéculaire n'est pas chargé selon la direction principale du réseau trabéculaire [278]. Par conséquent, l'endommagement induit par une sollicitation en fatigue est d'autant plus important que la direction du chargement mécanique n'est pas orientée selon l'axe principal de l'architecture trabéculaire. Ainsi, l'augmentation de l'anisotropie de l'os trabéculaire pourrait conduire à une diminution de sa résistance à la fatigue mécanique.

### 1.2.2 Relation entre micro-endommagement et propriétés mécaniques osseuses

Un intérêt croissant se porte sur le rôle du micro-endommagement dans la résistance osseuse [49][83][290][339][39], certains le proposent même comme un indicateur alternatif de la résistance osseuse [35][340][341][342][343][344][293][345][215][197][197][346]. De nombreuses études montrent que certains paramètres mécaniques diminuent significativement lorsque la densité de fissures linéiques, présentes *in vivo* ou générées *in vitro*, augmente. Néanmoins certaines études montrent le contraire ou une corrélation non significative entre les paramètres mécaniques et la densité de fissures linéiques [291]. Quant à l'endommagement diffus, son influence sur les propriétés mécaniques des os dans le cas *in vivo* n'a pas été montrée bien qu'il soit la première forme de MEO générée (avant les fissures linéiques) pendant un essai de fatigue *in vitro*, associée à l'assouplissement du matériau (diminution du module d'Young). Ceci suggère que l'endommagement diffus *in vivo* pourrait lui aussi avoir un rôle

dans la dégradation de la résistance osseuse. En somme, **il n'existe pas aujourd'hui de relation univoque et quantitative entre les propriétés mécaniques et l'importance du MEO**. Du reste, il n'est pas non plus établi quelles sont les causes et les conséquences sur la résistance mécanique osseuse d'une accumulation du micro-endommagement [217][322].

Enfin, certains auteurs signalent que le MEO pourrait avoir une influence directe sur la dégradation des propriétés mécaniques ou indirecte en affectant le remodelage osseux. En effet, la génération exagérée de MEO pourrait intensifier le remodelage et causer une augmentation de la porosité des os [49][339].

### 1.2.2.1 Élasticité et contrainte maximale

Après une compression ou traction quasi-statique au-delà de la contrainte maximale, le module élastique peut être réduit jusqu'à 50% pour l'os cortical et jusqu'à 80% pour l'os trabéculaire [347]. De même, pendant un essai mécanique de fatigue, le module d'Young diminue progressivement (figure 1.122) [49][348]. En effet, l'accumulation du micro-endommagement (fissures et endommagement diffus) dans le tissu osseux constitue des régions localisées plus « souples » et cause une diminution de la rigidité (module d'Young) apparente des os. Au cours d'un essai de fatigue, jusqu'à une diminution du module d'Young de 15 à 25%, la seule forme de MEO créée est l'endommagement diffus [237][35]. La nature morphologique de l'endommagement diffus est mal connue mais semble une conséquence de l'augmentation de la perméabilité du tissu osseux aux teintures utilisées pour la détection du MEO. L'observation à fort grossissement du tissu osseux avant et après un test de fatigue montre en effet que l'arrangement linéique des fibres de collagène dans le tissu lamellaire avant l'endommagement mécanique est ensuite fortement désordonné (figure 1.123). Ceci pourrait expliquer le module d'Young plus faible du tissu endommagé par fatigue, à l'instar de l'os tissé (dont l'arrangement des fibres de collagène est chaotique) moins rigide que l'os lamellaire.

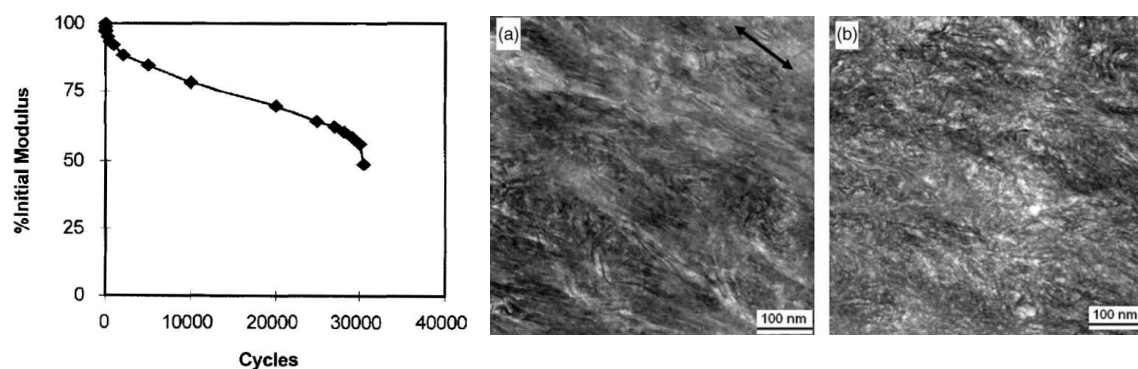


FIGURE 1.122 – Diminution du module d'Young typique pendant un essai de fatigue en flexion d'os cortical humain [331].

FIGURE 1.123 – Ultra-structure du tissu osseux lamellaire de l'os cortical fémoral de chauve-souris avant (a) et après (b) un essai de fatigue. Le tissu lamellaire non-fatigué montre un arrangement de fibres de collagène parallèle à l'axe de l'os [83].



Pour le cas de l'os cortical, la corrélation entre la densité surfacique de fissures et le module d'Young est moyenne ( $r^2=30\%$ ) [197].

Pour le cas de l'os trabéculaire, une étude par éléments finis reporte que les ruptures de travées doivent contribuer faiblement à la diminution du module d'Young causée par un endommagement mécanique, compte tenu de leur faible occurrence (souvent inférieure à une rupture de travée par  $\text{cm}^2$ ). Aussi, l'assouplissement apparent de l'os trabéculaire serait principalement expliqué par le micro-endommagement (fissures et endommagement diffus) généré dans le tissu osseux [349].

L'accumulation de MEO a aussi tendance à diminuer la contrainte maximale apparente [345][348][350].

### 1.2.2.2 Ténacité

L'accumulation de MEO tend à diminuer la ductilité du tissu osseux qui détermine en partie la ténacité et la résistance à un choc. A un niveau d'endommagement donné, cette dégradation peut être plus importante que la diminution de la rigidité (module d'Young) [35].

L'accumulation de micro-fissures linéiques a en effet tendance à diminuer la ténacité [343] et la résilience (résistance à un impact) [215] de l'os cortical [197][217]. La corrélation entre la densité surfacique de fissures et les paramètres de ténacité est bonne ( $r^2=50-70\%$ ) [197].

Néanmoins, l'aptitude du tissu osseux à générer des micro-fissures peut aussi être bénéfique. En effet, la propagation d'une fissure principale est souvent accompagnée par la création de fissure dans le sillage et devant le front de fissure principal [227] et de pontage de la fissure par des fibres de collagène non cassées [222]. La création de nouvelles micro-fissures consomme une partie de l'énergie qui ne sera pas employée à la croissance de la fissure principale. Ce mécanisme de protection permet d'augmenter la durée de vie en fatigue [340].

### 1.2.2.3 Rôle des conditions d'expérience, influence de la vitesse de déformation

Certains auteurs [83] suggèrent que les difficultés rencontrées pour comprendre les relations entre le MEO et les propriétés mécaniques apparentes pourraient être en partie dues aux conditions expérimentales. Différentes configurations expérimentales pourraient générer différentes quantités et types de micro-endommagement. En particulier, augmenter la vitesse de déformation d'un effort mécanique appliqué à l'os a tendance à réduire la quantité d'endommagement induit. En effet, on reporte qu'une fréquence inférieure à 30 Hz n'influence pas la durée de vie en fatigue, mais une fréquence supérieure à 30 Hz augmente la durée de vie [240]. Le pourcentage de surface osseuse trabéculaire endommagée par une compression uniaxiale passe de 5.7% à 2.5% lorsque la vitesse de déformation passe de 1%/s à 15%/s [283]. De plus, les essais de propagation de fissure en fatigue sur une éprouvette entaillée d'os cortical montrent que l'augmentation de la fréquence de sollicitation peut ralentir la propagation de la fissure [230].

#### 1.2.2.4 Rôle différent du MEO dans la rupture des os trabéculaire et cortical

La structure trabéculaire cède dans les zones de faiblesse architecturale alors que l'os cortical cède par la propagation d'une fissure à travers toute l'épaisseur. L'os trabéculaire est plus protégé de ce type de rupture relativement brutale de part sa structure, en effet la propagation d'une fissure est rapidement stoppée par la complexité de l'architecture [346]. C'est pourquoi la longueur des fissures linéiques dans le tissu trabéculaire dépasse très rarement  $150\mu\text{m}$  [317][8][283]. Au contraire, dans l'os cortical humain âgé, les fissures peuvent atteindre 1.5 mm [197]. Pendant une sollicitation mécanique intense, les travées cèdent les unes après les autres en dépassant la contrainte maximale locale et la rupture se propage à travers l'os trabéculaire en suivant un chemin complexe [346]. Le MEO a néanmoins un rôle dans la rupture de l'os trabéculaire car sa présence diminue le module d'Young, la contrainte maximale et la ductilité du tissu constituant les travées. L'interaction entre l'architecture et les micro-fissures linéiques a un rôle fondamental dans la résistance osseuse ; la tortuosité de la structure trabéculaire empêche naturellement les fissures de croître, alors que les interfaces entre le tissu ostéonal secondaire et le tissu interstitiel dans l'os cortical semblent jouer un rôle primordial dans l'initiation et la propagation des fissures [239].

### 1.3 Caractérisation non-invasive de la résistance osseuse

#### 1.3.1 Ostéodensitométrie par rayons X, diagnostic de référence actuel

Aujourd'hui, le diagnostic du risque de fracture chez les sujets ostéoporotiques est réalisé par imagerie quantitative 2D de la densité minérale osseuse surfacique (DMO) (en grammes par centimètre carré) grâce aux rayons X. La méthode d'absorptiométrie bi-photonique à rayons X, dite DEXA (Dual Energy X-ray Absorptiometry), permet de réaliser une image de la DMO avec une résolution spatiale proche du millimètre. La mesure est réalisée au niveau des vertèbres lombaires et du col du fémur (figure 1.124). Néanmoins, cette technique quantifie à la fois la porosité et la densité minérale moyenne du tissu osseux rencontré par les rayons X [47]. La densité minérale osseuse surfacique explique 60-70% de la variance des propriétés mécaniques de l'os trabéculaire et cortical [351]. Aussi, la résistance de l'os trabéculaire dépend d'autres paramètres qui méritent une estimation.

#### 1.3.2 Imagerie tridimensionnelle haute résolution pour la mesure de paramètres architecturaux

Les progrès dans la compréhension des relations entre l'architecture osseuse et ses propriétés mécaniques en synergie avec le développement de l'imagerie tridimensionnelle à des résolutions spatiales jusqu'à 10 micromètres (*in vitro* pour de petits échantillons osseux, typiquement inférieur à  $1\text{ cm}^3$ ) permettent de prédire jusqu'à 90% le module d'Young apparent de l'os trabéculaire vertébral à par-

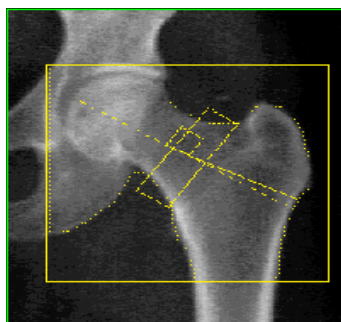


FIGURE 1.124 – Image typiquement obtenue lors d'un examen DEXA sur le col du fémur.

tir de trois paramètres architecturaux seulement [107]. Compte tenu de la forte corrélation entre le module d'Young et la contrainte maximale, la prédiction de l'un est aussi une bonne estimation de l'autre [352]. Deux techniques d'imagerie tridimensionnelle se développent : la micro-tomographie quantitative à rayons X ou qCT<sup>30</sup> et l'imagerie par résonance magnétique (IRM) [354][96]. Les appareils disponibles aujourd'hui pour l'application *in vivo* utilisant ces deux techniques possèdent une résolution spatiale entre 70 et 250  $\mu\text{m}$  et sont applicables uniquement sur les sites osseux périphériques (avant-bras et talon) [355][356][357][358][359][360]. Contrairement au qCT qui emploie les rayons X, l'IRM ne possède pas de risques liés aux radiations ionisantes. Plus la résolution escomptée est élevée, plus le nombre de sections nécessaires est élevé (de l'ordre de 100 à 200 sections pour imager l'os trabéculaire d'une souris à une résolution de 20 microns [358]). Pour le qCT, la résolution spatiale de l'image augmente avec le niveau d'énergie du rayonnement X. Néanmoins, l'application *in vivo* limite la dose de rayonnement, produit du temps d'exposition par le niveau d'énergie du rayonnement X. Ainsi, une résolution maximale de 80 microns peut être obtenue *in vivo* pour l'imagerie d'un site osseux périphérique humain [361]. Une autre difficulté pour l'application *in vivo* est la durée d'acquisition des différentes coupes nécessaires à la reconstruction 3D (de l'ordre de quelques minutes en rayons X, durée encore supérieure pour l'IRM). En effet, le site osseux sondé doit rester « parfaitement » immobile pendant la durée de l'examen, au risque de dégrader la résolution spatiale attendue. Cependant les développements récents tendent à réduire progressivement ce temps [358]. En outre, ces deux modalités d'imagerie tridimensionnelle permettent de mesurer la densité minérale à l'échelle du tissu osseux [362][353]. A partir de l'image tridimensionnelle d'un os, deux approches existent pour l'estimation des propriétés mécaniques : le calcul de paramètres architecturaux [107] et la simulation par éléments finis d'une compression quasi-statique [363][364][362][365].

30. Le synchrotron, qui utilise également les rayons X, permet d'obtenir une résolution spatiale inférieure à 10 microns [353]. La source de rayonnement X est un accélérateur de particules qui fournit un niveau d'énergie plus élevé que la qCT classique. Ces forts niveaux d'énergie sont très ionisants et rendent l'application *in vivo* impossible. On parle de qCT pour tomographier un corps humain entier et de p-qCT pour tomographier les membres périphériques.

### 1.3.3 Méthodes ultrasonores

Outre leur propriété non-ionisante, les ondes ultrasonores possèdent une différence importante. En effet, contrairement aux rayons X qui mesurent la densité électronique, les ondes acoustiques font vibrer mécaniquement la matière. Leur vitesse de propagation et leur atténuation sont sensibles aux dimensions et aux géométries des hétérogénéités<sup>31</sup> et aux propriétés thermo-visco-élastiques des milieux de propagation. Dans l'os cortical, pour des fréquences entre 0.2 et 2 MHz, les variations des paramètres de propagation ultrasonore intra- et inter-individus sont principalement dues à des différences dans l'architecture osseuse. Les variations de l'élasticité locale moyenne du tissu peuvent également intervenir mais elles sont généralement faibles<sup>32</sup>. De nombreuses méthodes de diagnostic en développement emploient la propagation ultrasonore pour tirer des informations sur l'élasticité et l'architecture osseuse [144][366][367][171]. Cependant, la mesure de l'atténuation et de la vitesse ultrasonore est insensible à l'endommagement créé par une compression quasi-statique jusqu'à 4.5% de déformation dans l'os trabéculaire du talon humain [368].

#### 1.3.3.1 Mesures ultrasonores et DEXA

Les études proposant les méthodes ultrasonores, basées sur la mesure de la vitesse de propagation (SOS, « Speed Of Sound ») et de l'atténuation (BUA, « Broadband Ultrasound Attenuation »), pour évaluer le risque de fracture osseuse ont construit leur réputation sur la bonne corrélation linéaire positive ( $r^2$  entre 0.62 et 0.92) obtenue entre les mesures quantitatives ultrasonores et celles de la DEXA (figure 1.125) [369][370]. Pour certains sites osseux trabéculaires, ces corrélations se révèlent parfois moyennes. Néanmoins, cela ne signifie pas nécessairement que les informations ultrasonores ne sont pas de bons déterminants de la résistance osseuse. En effet, les mesures quantitatives ultrasonores fournissent des informations différentes, donc complémentaires (en particulier sur l'architecture trabéculaire), des mesures par la DEXA. Les prédictions des paramètres mécaniques (module d'Young, contrainte maximale) fournies par les ultrasons sont généralement équivalentes ou inférieures à celles de la DEXA [369][144][171][371][372]. Néanmoins, des études ont montré, avec un succès modéré, que les prédictions des paramètres mécaniques peuvent être améliorées en réalisant une régression multiple, en considérant la densité minérale osseuse mesurée par la DEXA et les mesures quantitatives ultrasonores (SOS et BUA) [373][374][375][376].

Notons du reste que les mesures quantitatives ultrasonores appliquées au diagnostic du risque de fragilité osseuse ostéoporotique ont été validées comme un outil de première classe par la Société

31. en fonction du rapport de la longueur d'onde sur la taille de l'hétérogénéité

32. Citons le cas particulier dans l'os trabéculaire où le réseau de travées est fortement orienté dans une direction (vertèbre par exemple), alors la propagation des ultrasons dans cette direction est de type « barre », avec une vitesse de propagation déterminée par le module d'Young  $E$  et la densité  $\rho$  du tissu osseux,  $c = \sqrt{E/\rho}$  [111]. Néanmoins cette mesure est impossible *in vivo* car les sites osseux présentant cette caractéristique (vertèbres, épiphyses de fémur et tibia) ne sont pas accessibles à une mesure ultrasonore en transmission.

Internationale de Densitométrie Clinique (ISCD, « International Society for Clinical Densitometry ») en 2007 [377].

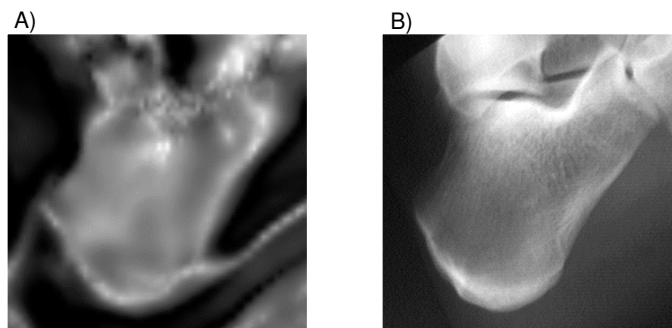


FIGURE 1.125 – Images *in vivo* de calcanéum obtenues, A) par un appareil d’imagerie paramétrique ultrasonore de la pente de la dépendance en fréquence de l’atténuation (BUA) et B) par radiographie employant les rayons X (images issues du Laboratoire d’Imagerie Paramétrique de Paris).

### 1.3.3.2 Mesure de paramètres architecturaux dans l’os cortical et trabéculaire

Au moyen de transducteurs ultrasonores focalisés, une image de la vitesse et de l’atténuation des ultrasons à travers un os (transmission transverse) peut être réalisée avec une résolution spatiale d’environ 5 mm [378][379][380]<sup>33</sup>. La complexité du milieu osseux est telle que le problème inverse, c’est à dire déduire les caractéristiques mécaniques et morphologiques des os par l’analyse de la propagation ultrasonore, a été résolu pour quelques paramètres morphologiques et avec une précision moyenne. Des méthodes ont été développées pour estimer le diamètre moyen des travées dans l’os trabéculaire en analysant les ondes rétrodiffusées [381][382][366], l’épaisseur corticale des os longs et la porosité en étudiant la propagation axiale [383][384][385][386][165]. Déjà employées pour les matériaux industriels, les ondes ultrasonores sont un très bon candidat pour quantifier l’anisotropie des os mais les géométries très complexes et l’accessibilité limitée des os rendent l’application *in vivo* complexe. L’anisotropie structurale des os est fortement suspectée d’augmenter le risque de fracture (voir 1.1.2.3), mais ce paramètre n’est aujourd’hui pas pris en compte dans le diagnostic clinique [144]. L’imagerie tridimensionnelle par rayons X et par résonance magnétique sont *a priori* de meilleurs candidats pour la mesure *in vivo* de l’anisotropie structurale des os.

33. Pour suivre l’évolution de l’ostéoporose chez un sujet ou comparer l’avancement de la maladie entre deux sujets, une moyenne est calculée sur une zone circulaire appelée région d’intérêt (ROI) pour l’atténuation et la vitesse. Cette zone a été choisie dans la partie postérieure du talon car elle correspond à la région où atténuation et vitesse varient le plus pendant le vieillissement et où les parois corticales sont parallèles pour obtenir une reproductibilité des mesures maximale (reproductibilité d’environ 1%).

### 1.3.3.3 Mesure de rigidité d'un os entier par résonance acoustique

La pression de radiation est un effet acoustique qui permet d'exercer un effort, statique ou dynamique, localement et sans contact, au niveau d'une interface entre deux matériaux. Ce phénomène a été employé pour mettre en résonance un fémur entier de rat sans contact [387]. La fréquence de résonance d'un objet dépend de sa géométrie, de la densité et de la rigidité du matériau qui le constitue. Ainsi, à la suite d'une fracture, la fréquence de résonance d'un fémur diminue, conséquence d'une perte apparente de rigidité [387]. Au cours de la réparation de la fracture osseuse, la fréquence de résonance augmente progressivement.

### 1.3.3.4 Mesure des constantes élastiques dans l'os cortical

La vitesse de propagation ultrasonore est sensible à la porosité et à la densité minérale du tissu osseux [168][165][388]. Des études *in vitro* montrent une corrélation faible ( $r=0.5$ ) entre les constantes élastiques mesurées par la vitesse de propagation ultrasonore en transmission axiale et le module d'Young mesuré en compression quasi-statique sur un tronçon de diaphyse de radius distal [389].

### 1.3.3.5 Prédiction du module d'Young et de la contrainte maximale apparents dans l'os trabéculaire

De nombreuses études *in vitro* ont étudié le degré de corrélation entre la vitesse ultrasonore et le module d'Young apparent de l'os trabéculaire. La vitesse ultrasonore basse-fréquence (entre 0.2 et 2 MHz) varie entre 1500 et 2800 m/s dans l'os trabéculaire humain saturé d'eau, en fonction du site osseux (type d'architecture) et de la porosité. Le coefficient de détermination mesuré dans différents sites osseux humains entre la vitesse ultrasonore et le module d'Young apparent varie entre 40 et 80% [390][391][253][373][172][392][393].

Pour certains types d'architecture trabéculaire, la corrélation entre la vitesse de propagation ultrasonore et le module d'Young apparent est moins bonne. En effet, des travées minces, si elles sont bien interconnectées, peuvent contribuer à la rigidité de l'architecture trabéculaire. Néanmoins, elles pourraient avoir un effet négligeable sur la vitesse ultrasonore, compte tenu de leur faible volume comparé au volume total de tissu osseux. Il serait intéressant de réaliser une étude de la corrélation entre la vitesse de propagation (et l'atténuation) ultrasonore et le module d'Young obtenus par des simulations numériques 3D (différences finies pour la propagation acoustique et éléments finis pour la déformation quasi-statique), à partir d'images 3D de différentes architectures trabéculaires. Ce travail permettrait de distinguer quels types de structures trabéculaires rendent la prédiction moins bonne.

Du reste, la prédiction du module d'Young apparent de l'os trabéculaire par la mesure de vitesse



ultrasonore basse-fréquence est biaisée dans le cas où la structure trabéculaire possède une direction principale forte (forte anisotropie) et que la vitesse ultrasonore est mesurée dans cette direction. En effet, dans ce cas la majorité des travées est orientée dans la direction de propagation des ultrasons. Aussi, la vitesse de propagation ultrasonore est peu affectée par l'architecture, elle dépend essentiellement de l'élasticité et de la masse volumique locales du tissu osseux. Par conséquent, le module d'Young déduit de la mesure ultrasonore peut être de deux ordres de grandeur supérieur à celui mesuré par un essai de compression quasi-statique [394][111]. En fonction du type d'architecture (anisotropie, connectivité, tortuosité,...), les caractéristiques architecturales trabéculaires affectent avec des poids différents la vitesse de propagation ultrasonore et l'élasticité structurale apparente. Enfin, au regard des mesures quantitatives ultrasonores *in vivo* réalisées sur le calcanéum en transmission transverse (dans une direction perpendiculaire à l'alignement principal des travées), une question mériterait d'être étudiée : ces mesures sont-elles suffisamment sensibles aux variations de l'élasticité apparente de la structure trabéculaire (dans les directions des chargements physiologiques) induites par des modifications architecturales pathologiques. Cette problématique pourrait également être éclairée par des simulations numériques 3D de la propagation acoustique et de l'élasticité structurale apparente, réalisées sur des images 3D haute-résolution de calcanéum.

En outre, le module d'Young est très bien corrélé (coefficient de détermination d'environ 90%) avec la contrainte à la limite élastique et la contrainte maximale dans l'os trabéculaire et dans l'os cortical [52][61][395][352][158][260]. Par conséquent, une bonne prédiction du module d'Young est également une bonne estimation de la contrainte maximale.

Compte tenu des difficultés techniques à mettre en oeuvre les mesures ultrasonores en transmission en dehors des sites périphériques (avant-bras, tibia et talon), de rares études proposent d'exploiter la rétrodiffusion des ultrasons pour prédire les propriétés mécaniques [371]. Le squelette central serait alors accessible, bien que ces mesures soient difficiles à mener à cause des très faibles amplitudes des ondes ultrasonores rétrodiffusées et de la nécessité de traverser environ 10 cm de tissus mous pour atteindre les vertèbres dans le cas *in vivo*.

### 1.3.3.6 Diagnostiquer la résistance osseuse moyenne du squelette par la mesure sur un site périphérique

Bénéficiant du fait que l'ostéoporose se déclare et évolue de manière homogène dans tout le squelette, les méthodes ultrasonores sont très souvent réalisées sur des sites osseux périphériques, comme le poignet et le talon pour l'os trabéculaire et l'avant-bras et le tibia pour l'os cortical, qui sont facilement accessibles aux mesures ultrasonores en transmission. Les mesures sur le calcanéum fournissent une bonne estimation du risque de fracture de la hanche et des vertèbres [396]. De plus, l'évolution de la masse osseuse dans cet os est très réactive à un changement brutal des sollicitations

mécaniques du squelette (alitement de longue durée ou vol spatial) [397]. Les mesures acoustiques non-linéaires exposées dans le chapitre 4 ont également été menées sur le calcaneum.

### 1.3.4 Besoin d'une méthode non-invasive pour étudier la relation entre niveau d'endommagement et résistance osseuse

Quand bien même l'architecture tridimensionnelle des os pourrait être imagée *in vivo* avec une résolution spatiale d'un micromètre, une dernière inconnue subsisterait pour connaître le comportement biomécanique complet d'un os : la loi de comportement locale du tissu osseux, en particulier son module d'Young et son niveau d'endommagement. Pour ce faire, les méthodes acoustiques sont de bons candidats. L'imagerie par qCT donne néanmoins accès à la densité minérale osseuse locale du tissu qui est en général bien corrélée avec l'élasticité locale du tissu. Mais cette corrélation est susceptible d'échouer par exemple dans le cas où le niveau d'endommagement microscopique du tissu osseux est important.

Le niveau d'endommagement du tissu osseux ne peut pas aujourd'hui être mesuré *in vivo* de façon non-invasive. Le besoin d'une méthode non-invasive pour évaluer le MEO *in vivo* est manifeste, car il affecte le module d'Young, la contrainte maximale et la ductilité des os. Les paramètres acoustiques non-linéaires se sont révélés bien corrélés à la contrainte maximale de solides fragiles ainsi qu'aux contrainte et déformation à la limite élastique des solides ductiles [398]. Sans la quantification du MEO, le niveau de prédiction des propriétés mécaniques ne pourra probablement pas dépasser 90% [107].

Que le micro-endommagement du tissu osseux soit une des causes ou conséquences de la dégradation de la résistance osseuse, le développement d'une méthode non-invasive pour la mesure du niveau de micro-endommagement est d'un grand intérêt clinique puisqu'il exprime un aspect de l'état de santé mécanique.

Ce premier chapitre montre la nécessité d'une évaluation multi-paramétrique de la résistance osseuse. L'imagerie tridimensionnelle haute résolution par rayons X ou par IRM couplée aux méthodes acoustiques linéaires et non-linéaires sont de bons candidats pour le diagnostic non-invasif de la résistance osseuse. De fait, l'imagerie tridimensionnelle haute résolution permet l'estimation de l'élasticité apparente et de la contrainte maximale apparente à partir des paramètres architecturaux et une mesure de la densité locale du tissu. Les méthodes acoustiques linéaires permettent une évaluation complémentaire de l'élasticité apparente et de l'architecture osseuse. Enfin, les effets non-linéaires acoustiques mesurés dans de nombreux matériaux ont montré une bonne sensibilité au niveau d'endommagement. Ces comportements non-linéaires et les méthodes expérimentales permettant de les mesurer seront présentées dans le chapitre 2.

## Bibliographie

- [1] Stephen C. Cowin, editor. *Bone Mechanics Handbook (2nd edition)*. Informa Healthcare, 2001.
- [2] <http://depts.washington.edu/bonebio/bonabout/structure.html>.
- [3] J. Lemaitre. Biomatériaux « histoire d'os... » 2004. cours disponible à l'adresse <http://ltp2.epfl.ch/Cours/Biomat/BioMat-02.pdf>.
- [4] <http://www.umich.edu/news/releases/2005/feb05/bone.html>.
- [5] <http://academic.wsc.edu/faculty/jatodd1/351/ch4outline.html>.
- [6] A.M. Parfitt. Misconceptions (2) : Turnover is always higher in cancellous than in cortical bone. *Bone*, 30 (6) :807–809, 2002.
- [7] S.C. Manolagas and R.L. Jilka. Bone marrow, cytokines, and bone remodeling. *Mechanisms of disease*, 332 (5) :305–311, 1995.
- [8] T.E. Wenzel, M.B. Schaffler, and D.P. Fyhrie. In vivo trabecular microcracks in human vertebral bone. *Bone*, 19(2) :89–95, 1996.
- [9] <http://dossier.univ-st-etienne.fr/lbto/www/tissu-osseux/chapitres/4remod.html>, figure 20.
- [10] L. Mosekilde. Age-related changes in bone mass, structure, and strength - effects of loading. *Z Rheumatol.*, 59(Suppl 1) :I/1–9, 2000.
- [11] <http://www.mssmat.ecp.fr/approche-micromecanique-du,3184>. Approche micromécanique du remodelage osseux.
- [12] C.H. Turner. Three rules for bone adaptation to mechanical stimuli. *Bone*, 23(5) :399–407, 1998.
- [13] <http://www.siumed.edu/dking2/ssb/nm036b.htm>.
- [14] R.F.M. Van Oers, R. Ruimerman, E. Tanck, P.A.J. Hilbers, and R. Huiskes. A unified theory for osteonal and hemi-osteonal remodeling. *Bone*, 42 (2) :250–259, 2008.
- [15] Y.F. Hsieh, A.G. Robling, W.T. Ambrosius, D.B. Burr, and C.H. Turner. Mechanical loading of diaphyseal bone in vivo : The strain threshold for an osteogenic response varies with location. *J. Bone Min. Res.*, 16(12) :2291–2297, 2001.
- [16] R.L. De Souza, M. Matsuura, F. Eckstein, S.C. Rawlinson, L.E. Lanyon, and A.A. Pitsillides. Non-invasive axial loading of mouse tibiae increases cortical bone formation and modifies trabecular organization : a new model to study cortical and cancellous compartments in a single loaded element. *Bone*, 37(6) :810–818, 2005.
- [17] C.H. Turner and F.M. Pavalko. Mechanotransduction and functional response of the skeleton to physical stress : the mechanisms and mechanics of bone adaptation. *J Orthop Sci.*, 3(6) :346–355, 1998.
- [18] K. Tsubotaa, T. Adachia, and Y. Tomita. Functional adaptation of cancellous bone in human proximal femur predicted by trabecular surface remodeling simulation toward uniform stress state. *Journal of Biomechanics*, 35 (12) :1541–1551, 2002.
- [19] K. Tsubotaa and T. Adachib. Spatial and temporal regulation of cancellous bone structure : characterization of a rate equation of trabecular surface remodeling. *Medical Engineering & Physics*, 27 :305–311, 2005.
- [20] R. Putz, R. Pabst, and J. Sobotta. *Atlas d'Anatomie humaine, vol. 1*. Editions médicales Internationales, Paris, 1994.
- [21] <http://www.prevention.ch/losteoporose.htm>.
- [22] <http://guide.stanford.edu/publications/mech5.html>.

- [23] S.A. Colopy, J. Benz-Dean, J.G. Barrett, S.J. Sample, Y. Lu, N.A. Danova, V.L. Kalscheur, R.Jr Vanderby, M.D. Markel, and P. Muir. Response of the osteocyte syncytium adjacent to and distant from linear microcracks during adaptation to cyclic fatigue loading. *Bone*, 35(4) :881–891, 2004.
- [24] J.G. Hazenberg, D. Taylor, and T.C. Lee. The role of osteocytes and bone microstructure in preventing osteoporotic fractures. *Osteoporos. Int.*, 18 :1–8, 2007.
- [25] O. Verborgt, G.J. Gibson, and M.B. Schaffler. Loss of osteocyte integrity in association with microdamage and bone remodeling after fatigue in vivo. *J Bone Miner Res.*, 15(1) :60–67, 2000.
- [26] D. Vashishth, O. Verborgt, G. Divine, M.B. Schaffler, and D.P. Fyhrie. Decline in osteocyte lacunar density in human cortical bone is associated with accumulation of microcracks with age. *Bone*, 26(4) :375–380, 2000.
- [27] S. Mori, R. Harruff, W. Ambrosius, and D.B. Burr. Trabecular bone volume and microdamage accumulation in the femoral heads of women with and without femoral neck fractures. *Bone*, 21(6) :521–526, 1997.
- [28] S. QIU, D.S. RAO, S. PALNITKAR, and A.M. PARFITT. Reduced iliac cancellous osteocyte density in patients with osteoporotic vertebral fracture. *J Bone and Mineral Research*, 18(9) :1657–1663, 2003.
- [29] D.P. Nicoletta. [http ://www.swri.org/3pubs/ttoday/fall98/bone.htm](http://www.swri.org/3pubs/ttoday/fall98/bone.htm).
- [30] D. Taylor. Fracture and repair of bone : a multiscale problem. *J Mater Sci.*, 42 :8911–8, 2007.
- [31] Y.F. Hsieh and M.J. Silva. In vivo fatigue loading of the rat ulna induces both bone formation and resorption and leads to time-related changes in bone mechanical properties and density. *J. Orthop. Res.*, 20(4) :764–771, 2002.
- [32] S. Qiu, D.S. Rao, S. Palnitkar, and A.M. Parfitt. Age and distance from the surface but not menopause reduce osteocyte density in human cancellous bone. *Bone*, 31(2) :313–318, 2002.
- [33] C. Gentzsch, G. Delling, and E. Kaiser. Microstructural classification of resorption lacunae and perforations in human proximal femora. *Calcif Tissue Int.*, 72 :698–709, 2003.
- [34] [http ://www.lab.anhb.uwa.edu.au/mb140/moreabout/bonedynamics.html](http://www.lab.anhb.uwa.edu.au/mb140/moreabout/bonedynamics.html).
- [35] M.B. Schaffler. Role of bone turnover in microdamage. *Osteoporos Int.*, 14(Suppl 5) :73–80, 2003.
- [36] J. Duncan. Laboratory note : On tensile strength of fresh adult foetus. *Brit. Med. J.*, 2 :763–764, 1874.
- [37] O. Messerer. *Über elasticität und festigkeit der menschlichen knochen. Stuttgart, Germany*, 1880.
- [38] J. Wolff. *Das gesetz der transformation der knochen. Berlin, Hirschwald*, 1892.
- [39] M.L. Bouxsein. Bone quality : where do we go from here? *Osteoporos Int.*, 14 (Suppl 5) :118–127, 2003.
- [40] C.J. Hernandez and T.M. Keaveny. A biomechanical perspective on bone quality. *Bone*, 39(6) :1173–81, 2006.
- [41] P. Ammann and R. Rizzoli. Bone strength and its determinants. *Osteoporos. Int.*, 14 (Suppl 3) :13–18, 2003.
- [42] Y. Song, M.A.K. Liebschner, and G.H. Gunaratne. A study of age-related architectural changes that are most damaging to bones. *Biophysical Journal*, 87 :3642–3647, 2004.
- [43] J.D. Currey. Incompatible mechanical properties in compact bone. *J Theoret Biol.*, 231(4) :569–80, 2004.
- [44] K.S. et al. Davison. Bone strength : The whole is greater than the sum of its parts. *Semin. Arthritis Rheum.*, 36 :22–31, 2006.
- [45] K.J. Jepsen. The aging cortex : to crack or not to crack. *Osteoporos Int.*, 14(Suppl 5) :57–66, 2003.
- [46] J. D. Currey. Bone strength : What are we trying to measure? *Calcif Tissue Int.*, 68 :205–210, 2001.
- [47] P.J. Meunier and G. Boivin. Bone mineral density reflects bone mass but also the degree of mineralization of bone : therapeutic implications. *Bone*, 21(5) :373–377, 1997.
- [48] D.W. Dempster. Bone microarchitecture and strength. *Osteoporos Int.*, 14(5) :54–56, 2003.

- 
- [49] D.B. Burr, M.R. Forwood, D.P. Fyhrie, R.B. Martin, M.B. Schaffler, and C.H. Turner. Bone microdamage and skeletal fragility in osteoporotic and stress fractures. *J Bone Miner Res*, 12(1) :6–15, 1997.
  - [50] E.S. Siris, S.K. Brenneman, E. Barrett-Connor, P.D. Miller, S. Sajjan, M.L. Berger, and Y.T. Chen. The effect of age and bone mineral density on the absolute, excess, and relative risk of fracture in postmenopausal women aged 50-99 : results from the national osteoporosis risk assessment (nora). *Osteoporos Int.*, 17(4) :565–574, 2006.
  - [51] P.D. Delmas and E. Seeman. Changes in bone mineral density explain little of the reduction in vertebral or nonvertebral fracture risk with anti-resorptive therapy. *Bone*, 34(4) :599–604, 2004.
  - [52] T.M. Keaveny, E.F. Wachtel, C.M. Ford, and W.C. Hayes. Differences between the tensile and compressive strengths of bovine tibial trabecular bone depend on modulus. *J Biomech.*, 27(9) :1137–46, 1994.
  - [53] R.W. McCalden, J.A. McGeough, M.B. Barker, and C.M. Court-Brown. Age-related changes in the tensile properties of cortical bone. the relative importance of changes in porosity, mineralization, and microstructure. *J Bone Joint Surg Am.*, 75(8) :1193–1205, 1993.
  - [54] D.T. Reilly and A.H. Burstein. The mechanical properties of cortical bone. *J. Bone Joint Surg. Am.*, 56(5) :1001–1022, 1974.
  - [55] A.H. Burstein, D.T. Reilly, and M. Martens. Aging of bone tissue : mechanical properties. *J Bone Joint Surg.*, 58 :82–86, 1976.
  - [56] Brian K. Hall, editor. *Bone, chap. 10*. CRC Press, 1993.
  - [57] N. Loveridge, J. Power, J. Reeve, and A. Boyde. Bone mineralization density and femoral neck fragility. *Bone*, 35(4) :929–941, 2004.
  - [58] C. Mercer, M.Y. He, R. Wang, and A.G. Evans. Mechanisms governing the inelastic deformation of cortical bone and application to trabecular bone. *Acta Biomater.*, 2(1) :59–68, 2006.
  - [59] A.J. Bailey, T.J. Sims, E.N. Ebbesen, J.P. Mansell, J.S. Thomsen, and L. Mosekilde. Age-related changes in the biochemical properties of human cancellous bone collagen : relationship to bone strength. *Calcif Tissue Int*, 65(3) :203–210, 1999.
  - [60] M. Ding, M. Dalstra, C.C. Danielsen, J. KabelL, I. Hvid, and F. Linde. Age variations in the properties of human tibial trabecular bone. *J Bone Joint Surg*, 79(6) :995–1002, 1997.
  - [61] T.M. Keaveny, E.F. Morgan, G.L. Niebur, and O.C. Yeh. Biomechanics of trabecular bone. *Annu. Rev. Biomed. Eng.*, 3 :307–333, 2001.
  - [62] E.F. Morgan and T.M. Keaveny. Dependence of yield strain of human trabecular bone on anatomic site. *J Biomech.*, 34(5) :569–577, 2001.
  - [63] Garth W. Hastings Jonathan Black, editor. *Handbook of Biomaterial Properties, part 1*. Springer - Verlag, 1998.
  - [64] S.A. Goldstein. The mechanical properties of trabecular bone : Dependence on anatomic location and function. *J Biomech.*, 20(11-12) :1055–1061, 1987.
  - [65] D.R. Carter and W.C. Hayes. The compressive behavior of bone as a two-phase porous structure. *J Bone Joint Surg Am.*, 59 :954–962, 1977.
  - [66] T.A. Burgers, J. Mason, G. Niebur, and H.L. Ploeg. Compressive properties of trabecular bone in the distal femur. *J Biomech.*, 2008.
  - [67] K. Bruyère Garnier, R. Dumas, C. Rumelhart, and M.E. Arlot. Mechanical characterization in shear of human femoral cancellous bone : torsion and shear tests. *Med Eng Phys.*, 21(9) :641–649, 1999.
  - [68] H.H. Bayraktar and T.M. Keaveny. Mechanisms of uniformity of yield strains for trabecular bone. *J Biomech.*, 37 :1671–1678, 2004.

- [69] D.T. Reilly and A.H. Burstein. The elastic and ultimate properties of compact bone tissue. *J Biomech.*, 8 :393–405, 1975.
- [70] E.F. Morgan, H.H. Bayraktar, O.C. Yeh, S. Majumdar, A. Burghardt, and T.M. Keaveny. Contribution of inter-site variations in architecture to trabecular bone apparent yield strains. *J Biomech.*, 37(9) :1413–20, 2004.
- [71] L.J. Gibson. Biomechanics of cellular solids. *J Biomech.*, 38(3) :377–399, 2005.
- [72] T.M. Keaveny, X.E. Guo, E.F. Wachtel, T.A. McMahon, and W.C. Hayes. Trabecular bone exhibits fully linear elastic behavior and yields at low strains. *J Biomech.*, 27(9) :1127–36, 1994.
- [73] L. Rohl, E. Larsen, F. Linde, A. Odgaard, and J. Jorgensen. Tensile and compressive properties of cancellous bone. *J Biomech.*, 24(12) :1143–9, 1991.
- [74] L.J. Gibson. The mechanical behavior of cancellous bone. *J Biomech.*, 18(5) :317–328, 1985.
- [75] H. Follet, K. Bruyère-Garnier, F. Peyrin, J.P. Roux, M.E. Arlot, B. Burt-Pichat, C. Rumelhart, and P.J. Meunier. Relationship between compressive properties of human os calcis cancellous bone and microarchitecture assessed from 2d and 3d synchrotron microtomography. *Bone*, 36(2) :340–351, 2005.
- [76] [www.rsc.org/ej/jm/2004/b402005g/b402005g-f1.gif](http://www.rsc.org/ej/jm/2004/b402005g/b402005g-f1.gif).
- [77] J.Y. Rho, L. Kuhn-Spearing, and P. Zioupos. Mechanical properties and the hierarchical structure of bone. *Med. Eng. Phys.*, 20(2) :92–102, 1998.
- [78] B. Li and R.M. Aspden. Composition and mechanical properties of cancellous bone from the femoral head of patients with osteoporosis or osteoarthritis. *J. Bone Miner. Res.*, 12 :641–651, 1997.
- [79] B. Li and R.M. Aspden. A comparison of the stiffness, density and composition of bone from the calcar femorale and the femoral cortex. *J. Mat. Science : Mat. Med.*, 9(11) :661–666, 1998.
- [80] J.S. Yerramshetty and O. Akkus. The associations between mineral crystallinity and the mechanical properties of human cortical bone. *Bone*, 2008.
- [81] I. Jasiuk and M. Ostojka-Starzewski. Modeling of bone at a single lamella level. *Biomechan Model Mechanobiol.*, 3 :67–74, 2004.
- [82] A.L. Boskey. Bone mineral crystal size. *Osteoporos. Int.*, 14 (suppl. 5) :16–21, 2003.
- [83] N.D. Sahar, S.I. Hong, and D.H. Kohn. Micro- and nano-structural analyses of damage in bone. *Micron*, 36 :617–629, 2005.
- [84] E.P. Paschalis, E. Shane, G. Lyritis, G. Skarantavos, R. Mendelsohn, and A.L. Boskey. Bone fragility and collagen cross-links. *J Bone Miner Res.*, 19(12) :2000–4, 2004.
- [85] <http://hansmalab.physics.ucsb.edu/afmbone.html>, paul hansma et al.
- [86] J.D. Currey. *Bones, Structure and Mechanics*. Princeton University Press, 2002.
- [87] X. Su, K. Sun, F.Z. Cui, and W.J. Landis. Organization of apatite crystals in human woven bone. *Bone*, 32(2) :150–162, 2003.
- [88] J.G. Skedros, J.L. Holmes, E.G. Vajda, and R.D. Bloebaum. Cement lines of secondary osteons in human bone are not mineral-deficient : new data in a historical perspective. *Anat Rec A Discov Mol Cell Evol Biol.*, 286(1) :781–803, 2005.
- [89] K.A. Mann, M.A. Miller, R.J. Cleary, D. Janssen, and N. Verdonschot. Experimental micromechanics of the cement-bone interface. *J Orthop Res.*, 2008.
- [90] F.J. O’Brien, D. Taylor, and T. Clive Lee. The effect of bone microstructure on the initiation and growth of microcracks. *J Orthop Res.*, 23(2) :475–480, 2005.



- 
- [91] F.J. O'Brien, D. Taylor, and T. Clive Lee. Microcrack accumulation at different intervals during fatigue testing of compact bone. *J Biomech.*, 36(7) :973–980, 2003.
  - [92] <http://library.med.utah.edu/webpath/tutorial/osteo/ost004.html>.
  - [93] [http://www.feppd.org/icb-dent/campus/biomechanics\\_in\\_dentistry/ldv\\_data/mech/basic\\_bone.htm](http://www.feppd.org/icb-dent/campus/biomechanics_in_dentistry/ldv_data/mech/basic_bone.htm).
  - [94] J. Kabel, B. Van Rietbergen, A. Odgaard, and R. Huiskes. Constitutive relationships of fabric, density, and elastic properties in cancellous bone architecture. *Bone*, 25(4) :481–6, 1999.
  - [95] J. Homminga, B.R. Mccreadie, H. Weinans, and R. Huiskes. The dependence of the elastic properties of osteoporotic cancellous bone on volume fraction and fabric. *J Biomech.*, 36(10) :1461–7, 2003.
  - [96] S. Majumdar, M. Kothari, P. Augat, D.C. Newitt, T.M. Link, J.C. Lin, T. Lang, Y. Lu, and H.K. Genant. High-resolution magnetic resonance imaging : three-dimensional trabecular bone architecture and biomechanical properties. *Bone*, 22(5) :445–454, 1998.
  - [97] H.H. Bayraktar, E.F. Morgan, G.L. Niebur, G.E. Morris, E.K. Wong, and T.M. Keaveny. Comparison of the elastic and yield properties of human femoral trabecular and cortical bone tissue. *J Biomech.*, 37(1) :27–35, 2004.
  - [98] H. Follet. *Caractérisation Biomécanique et Modélisation 3D par Imagerie X et IRM haute résolution de l'os spongieux humain : Evaluation du risque fracturaire*. PhD thesis, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2002.
  - [99] E.F. Morgan, H.H. Bayraktar, and T.M. Keaveny. Trabecular bone modulus-density relationships depend on anatomic site. *J Biomech.*, 36(7) :897–904, 2003.
  - [100] G.H. Van Lenthe and R. Huiskes. How morphology predicts mechanical properties of trabecular structures depends on intra-specimen trabecular thickness variations. *J Biomech.*, 35(9) :1191–1197, 2002.
  - [101] A. Odgaard. Three-dimensional methods for quantification of cancellous bone architecture. *Bone*, 20(4) :315–328, 1997.
  - [102] J. Kabel, A. Odgaard, B. Van Rietbergen, and R. Huiskes. Connectivity and the elastic properties of cancellous bone. *Bone*, 24(2) :115–120, 1999.
  - [103] N.R. Portero-Muzy, P.M. Chavassieux, D. Mitton, F. Duboeuf, P.D. Delmas, and P.J. Meunier. Euler(strut.cavity), a new histomorphometric parameter of connectivity reflects bone strength and speed of sound in trabecular bone from human os calcis. *Calcif Tissue Int.*, 81(2) :92–8, 2007.
  - [104] E. Perilli, M. Baleani, C. Ohman, F. Baruffaldi, and M. Viceconti. Structural parameters and mechanical strength of cancellous bone in the femoral head in osteoarthritis do not depend on age. *Bone*, 41(5) :760–8, 2007.
  - [105] M. Stauber and R. Müller. Volumetric spatial decomposition of trabecular bone into rods and plates-a new method for local bone morphometry. *Bone*, 38(4) :475–84, 2006.
  - [106] T. Hildebrand, A. Laib, R. Müller, J. Dequeker, and P. Rüeggsegger. Direct three-dimensional morphometric analysis of human cancellous bone : microstructural data from spine, femur, iliac crest, and calcaneus. *J Bone Miner Res.*, 14(7) :1167–74, 1999.
  - [107] M. Stauber, L. Rapillard, G.H. van Lenthe, P. Zysset, and R. Müller. Importance of individual rods and plates in the assessment of bone quality and their contribution to bone stiffness. *J Bone Miner Res.*, 21(4) :586–95, 2006.
  - [108] J.A. MacNeil and S.K. Boyd. Load distribution and the predictive power of morphological indices in the distal radius and tibia by high resolution peripheral quantitative computed tomography. *Bone*, 41(1) :129–37, 2007.

- [109] S. Boutroy, M.L. Bouxsein, F. Munoz, and P.D. Delmas. In vivo assessment of trabecular bone microarchitecture by high-resolution peripheral quantitative computed tomography. *J Clin Endocrinol Metab.*, 90(12) :6508–15, 2005.
- [110] D.C. Newitt, S. Majumdar, B. van Rietbergen, G. von Ingersleben, S.T. Harris, H.K. Genant, C. Chesnut, P. Garnero, and B. MacDonald. In vivo assessment of architecture and micro-finite element analysis derived indices of mechanical properties of trabecular bone in the radius. *Osteoporos Int.*, 13(1) :6–17, 2002.
- [111] P.H. Nicholson, X.G. Cheng, G. Lowet, S. Boonen, M.W. Davie, J. Dequeker, and G. Van der Perre. Structural and material mechanical properties of human vertebral cancellous bone. *Med Eng Phys.*, 19(8) :729–37, 1997.
- [112] J.Y. Rho, M.C. Hobatho, and R.B. Ashman. Relations of mechanical properties to density and ct numbers in human bone. *Med Eng Phys.*, 17(5) :347–55, 1995.
- [113] T.S. Keller. Predicting the compressive mechanical behavior of bone. *J Biomech.*, 27(9) :1159–68, 1994.
- [114] M. Stauber and R. Müller. Age-related changes in trabecular bone microstructures : global and local morphometry. *Osteoporos. Int.*, 17 :616–626, 2006.
- [115] M. Rupprecht, P. Pogoda, M. Mumme, J.M. Rueger, K. Püschel, and M. Amling. Bone microarchitecture of the calcaneus and its changes in aging : A histomorphometric analysis of 60 human specimens. *J Orthop Res*, 24(4) :664–674, 2006.
- [116] T. Hildebrand and P. Ruegsegger. Structure model index. a new method to describe remodeling of trabecular bone. *Bone*, 19(3) :143S, 1996.
- [117] X.S. Liu, P. Sajda, P.K. Saha, F.W. Wehrli, and X.E. Guo. Quantification of the roles of trabecular microarchitecture and trabecular type in determining the elastic modulus of human trabecular bone. *J Bone Miner Res.*, 21(10) :1608–17, 2006.
- [118] E. Mittra, C. Rubin, and Y.X. Qin. Interrelationship of trabecular mechanical and microstructural properties in sheep trabecular bone. *J Biomech.*, 38(6) :1229–37, 2005.
- [119] E. Mittra, C. Rubin, B. Gruber, and Y.X. Qin. Evaluation of trabecular mechanical and microstructural properties in human calcaneal bone of advanced age using mechanical testing, muct, and dxa. *J Biomech.*, 41(2) :368–75, 2008.
- [120] K.S. Jensen, L. Mosekilde, and L. Mosekilde. A model of vertebral trabecular bone architecture and its mechanical properties. *Bone*, 11(6) :417–23, 1990.
- [121] O.C. Yeh and T.M. Keaveny. Biomechanical effects of intraspecimen variations in trabecular architecture : a three-dimensional finite element study. *Bone*, 25(2) :223–228, 1999.
- [122] R.W. Goulet, S.A. Goldstein, M.J. Ciarelli, J.L. Kuhn, M.B. Brown, and L.A. Feldkamp. The relationship between the structural and orthogonal compressive properties of trabecular bone. *J Biomech.*, 27(4) :375–89, 1994.
- [123] A. Odgaard, J. Kabel, B. van Rietbergen, M. Dalstra, and R. Huiskes. Fabric and elastic principal directions of cancellous bone are closely related. *J Biomech.*, 30(5) :487–95, 1997.
- [124] P.K. Zysset. A review of morphology-elasticity relationships in human trabecular bone : theories and experiments. *J Biomech.*, 36(10) :1469–85, 2003.
- [125] J.H. Kinney, J.S. Stölken, T.S. Smith, J.T. Ryaby, and N.E. Lane. An orientation distribution function for trabecular bone. *Bone*, 36(2) :193–201, 2005.
- [126] T.E. Ciarelli, D.P. Fyhrie, M.B. Schaffler, and S.A. Goldstein. Variations in three-dimensional cancellous bone architecture of the proximal femur in female hip fractures and in controls. *J Bone Miner Res.*, 15(1) :32–40, 2000.

- 
- [127] J. Homminga, B.R. McCreadie, T.E. Ciarelli, H. Weinans, S.A. Goldstein, and R. Huiskes. Cancellous bone mechanical properties from normals and patients with hip fractures differ on the structure level, not on the bone hard tissue level. *Bone*, 30(5) :759–764, 2002.
  - [128] J. Homminga, B. Van-Rietbergen, E.M. Lochmüller, H. Weinans, F. Eckstein, and R. Huiskes. The osteoporotic vertebral structure is well adapted to the loads of daily life, but not to infrequent 'error' loads. *Bone*, 34 :510–516, 2004.
  - [129] T. Uchiyama, T. Tanizawa, H. Muramatsu, N. Endo, H.E. Takahashi, and T. Hara. Three-dimensional microstructural analysis of human trabecular bone in relation to its mechanical properties. *Bone*, 25(4) :487–91, 1999.
  - [130] P.A. Hulme, S.K. Boyd, and S.J. Ferguson. Regional variation in vertebral bone morphology and its contribution to vertebral fracture strength. *Bone*, 41 :946–957, 2007.
  - [131] M. Hahn, M. Vogel, M. Pompesius-Kempa, and G. Delling. Trabecular bone pattern factor-a new parameter for simple quantification of bone microarchitecture. *Bone*, 13(4) :327–330, 1992.
  - [132] J.C. Teo, K.M. Si-Hoe, J.E. Keh, and S.H. Teoh. Relationship between ct intensity, micro-architecture and mechanical properties of porcine vertebral cancellous bone. *Clin Biomech.*, 21(3) :235–44, 2006.
  - [133] E. Lespessailles, S. Poupon, R. Niamane, S. Loiseau-Peres, G. Derommelaere, R. Harba, D. Courteix, and C.L. Benhamou. Fractal analysis of trabecular bone texture on calcaneus radiographs : Effects of age, time since menopause and hormone replacement therapy. *Osteoporos Int.*, 13(5) :366–372, 2002.
  - [134] M.J. Silva and L.J. Gibson. Modeling the mechanical behavior of vertebral trabecular bone : Effects of age-related changes in microstructure. *Bone*, 21(2) :191–199, 1997.
  - [135] X.E. Guo and C.H. Kim. Mechanical consequence of trabecular bone loss and its treatment : A three-dimensional model simulation. *Bone*, 30(2) :404–411, 2002.
  - [136] L.D. HORDON, M. RAISI, J.E. AARON, S.K. PAXTON, M. BENETON, and J.A. KANIS. Trabecular architecture in women and men of similar bone mass with and without vertebral fracture : I. two-dimensional histology. *Bone*, 27(2) :271–276, 2000.
  - [137] J.E. AARON, P.A. SHORE, R.C. SHORE, M. BENETON, and J.A. KANIS. Trabecular architecture in women and men of similar bone mass with and without vertebral fracture : Ii. three-dimensional histology. *Bone*, 27(2) :277–282, 2000.
  - [138] E. Perilli, M. Baleani, C. Ohman, R. Fognani, F. Baruffaldi, and M. Viceconti. Dependence of mechanical compressive strength on local variations in microarchitecture in cancellous bone of proximal human femur. *J Biomech.*, 41 :438–446, 2008.
  - [139] A. Nazarian and R. Müller. Time-lapsed microstructural imaging of bone failure behavior. *Journal of Biomechanics*, 37 :55–65, 2004.
  - [140] P.J. Thurner, P. Wyss, R. Voide, M. Stauber, M. Stampanoni, U. Sennhauser, and R. Müller. Time-lapsed investigation of three-dimensional failure and damage accumulation in trabecular bone using synchrotron light. *Bone*, 39 :289–299, 2006.
  - [141] A. Nazarian, M. Stauber, D. Zurakowski, B.D. Snyder, and R. Müller. The interaction of microstructure and volume fraction in predicting failure in cancellous bone. *Bone*, 39 :1196–1202, 2006.
  - [142] C.E. Hoffer, K.E. Moore, K. Kozloff, P.K. Zysset, M.B. Brown, and S.A. Goldstein. Heterogeneity of bone lamellar-level elastic moduli. *Bone*, 26(6) :603–609, 2000.
  - [143] K. Raum, R.O. Cleveland, F. Peyrin, and P. Laugier. Derivation of elastic stiffness from site-matched mineral density and acoustic impedance maps. *Phys Med Biol.*, 51(3) :747–58, 2006.

- [144] P. Laugier, F. Padilla, F. Peyrin, K. Raum, A. Saied, M. Talmant, and L. Vico. Apport des ultrasons dans l'exploration du tissu osseux. *ITBM-RBM*, 26 :299–311, 2005.
- [145] T. Hofmann, F. Heyroth, H. Meinhard, W. Fränzel, and K. Raum. Assessment of composition and anisotropic elastic properties of secondary osteon lamellae. *J Biomech.*, 39(12) :2282–94, 2006.
- [146] S. Hengsberger, A. Kulik, and P. Zysset. Nanoindentation discriminates the elastic properties of individual human bone lamellae under dry and physiological conditions. *Bone*, 30(1) :178–184, 2002.
- [147] C.E. Hoffer, X.E. Guo, P.K. Zysset, and S.A. Goldstein. An application of nanoindentation technique to measure bone tissue lamellae properties. *J Biomech Eng.*, 127(7) :1046–53, 2005.
- [148] P.K. Zysset, X.E. Guo, C.E. Hoffer, K.E. Moore, and S.A. Goldstein. Elastic modulus and hardness of cortical and trabecular bone lamellae measured by nanoindentation in the human femur. *J. Biomech.*, 32 :1005–1012, 1999.
- [149] S. Bumrerraj and J.L. Katz. Scanning acoustic microscopy study of human cortical and trabecular bone. *Ann. Biomed. Eng.*, 29(12) :1034–42, 2001.
- [150] C.S. Jorgensen and T. Kundu. Measurement of material elastic constants of trabecular bone : a micromechanical analytic study using a 1 ghz acoustic microscope. *J Orthop Res.*, 20(1) :151–8, 2002.
- [151] J. Brandt, A. Franke, and K. Raum. Acoustic microscopy for detection of osteoporotic bone properties. *IEEE Ultrasonics Symposium*, pages 573–575, 2004.
- [152] H.S. Gupta, S. Schratte, W. Tesch, P. Roschger, A. Berzlanovich, T. Schoeberl, K. Klaushofer, and P. Fratzl. Two different correlations between nanoindentation modulus and mineral content in the bone-cartilage interface. *J Struct Biol.*, 149(2) :138–48, 2005.
- [153] P. Roschger, E.P. Paschalis, P. Fratzl, and K. Klaushofer. Bone mineralization density distribution in health and disease. *Bone*, 42 :456–466, 2008.
- [154] L. Mulder, J.H. Koolstra, J.M. den Toonder, and T.M. van Eijden. Intratrabecular distribution of tissue stiffness and mineralization in developing trabecular bone. *Bone*, 41(2) :256–65, 2007.
- [155] K. Brear, J.D. Currey, S. Raines, and K.J. Smith. Density and temperature effects on some mechanical properties of cancellous bone. *Eng Med.*, 17(4) :163–167, 1988.
- [156] L. Mulder, J.H. Koolstra, J.M. den Toonder, and T.M. van Eijden. Relationship between tissue stiffness and degree of mineralization of developing trabecular bone. *J Biomed Mater Res A.*, 84(2) :508–15, 2008.
- [157] J.Y. Rho and G.M. Pharr. Effects of drying on the mechanical properties of bovine femur measured by nanoindentation. *J Mater Sci Mater Med.*, 10(8) :485–488, 1999.
- [158] J.D. Currey. What determines the bending strength of compact bone ? *J Exp Biol.*, 202(18) :2495–503, 1999.
- [159] G. Boivin and P.J. Meunier. The mineralization of bone tissue : a forgotten dimension in osteoporosis research. *Osteoporos Int.*, 14(Suppl 3) :19–24, 2003.
- [160] J.D. Currey. The many adaptations of bone. *J Biomech.*, 36(10) :1487–95, 2003.
- [161] G. Boivin. Minéralisation et minéralité osseuses. *Thérapie*, 58(5) :409–413, 2003.
- [162] J.Y. Rho, P. Zioupos, J.D. Currey, and G.M. Pharr. Microstructural elasticity and regional heterogeneity in human femoral bone of various ages examined by nano-indentation. *J Biomech.*, 35(2) :189–198, 2002.
- [163] S. Hengsberger, J. Enstroem, F. Peyrin, and P. Zysset. How is the indentation modulus of bone tissue related to its macroscopic elastic response ? a validation study. *J Biomech.*, 36(10) :1503–1509, 2003.
- [164] X.N. Dong and X.E. Guo. The dependence of transversely isotropic elasticity of human femoral cortical bone on porosity. *J Biomech.*, 37(8) :1281–7, 2004.

- 
- [165] C. Baron, M. Talmant, and P. Laugier. Effect of porosity on effective diagonal stiffness coefficients (cii) and elastic anisotropy of cortical bone at 1 mhz : a finite-difference time domain study. *J Acoust Soc Am.*, 122(3) :1810–17, 2007.
  - [166] S. Bensamoun, J.M. Gherbezza, J.F. de Belleval, and M.C. Ho Ba Tho. Transmission scanning acoustic imaging of human cortical bone and relation with the microstructure. *Clin Biomech.*, 19(6) :639–47, 2004.
  - [167] S. Bensamoun, M.C. Ho Ba Tho, S. Luu, J.M. Gherbezza, and J.F. de Belleval. Spatial distribution of acoustic and elastic properties of human femoral cortical bone. *J Biomech.*, 37(4) :503–10, 2004.
  - [168] E. Bossy, M. Talmant, F. Peyrin, L. Akrou, P. Cloetens, and P. Laugier. An in vitro study of the ultrasonic axial transmission technique at the radius : 1-mhz velocity measurements are sensitive to both mineralization and intracortical porosity. *J Bone Miner Res.*, 19(9) :1548–56, 2004.
  - [169] K.D. Hunt, D. Dean O’Loughlin, and L. Fitting, D.W. and Adler. Ultrasonic determination of the elastic modulus of human cortical bone. *Med. Biol. Eng. Comput.*, 36 :51–56, 1998.
  - [170] J.Y. Rho, R.B. Ashman, and C.H. Turner. Young’s modulus of trabecular and cortical bone material : ultrasonic and microtensile measurements. *J Biomech.*, 26(2) :111–9, 1993.
  - [171] C.F. Njeh, T. Fuerst, E. Diessel, and H.K. Genant. Is quantitative ultrasound dependent on bone structure? a reflection. *Osteoporos Int.*, 12 :1–15, 2001.
  - [172] C.F. Njeh, C.W. Kuo, C.M. Langton, H.I. Atrah, and C.M. Boivin. Prediction of human femoral bone strength using ultrasound velocity and bmd : an in vitro study. *Osteoporos Int.*, 7(5) :471–7, 1997.
  - [173] J.C.M. Teo, E.Y.L. Teo, V.P.W. Shim, and S.H. Teoh. Determination of bone trabeculae modulus-an ultrasonic scanning and microct ( $\mu$ ct) imaging combination approach. *Exp Mechanics*, 46 :453–461, 2006.
  - [174] B. Van Rietbergen, H. Weinans, R. Huiskes, and A. Odgaard. A new method to determine trabecular bone elastic properties and loading using micromechanical finite-element models. *J. Biomech.*, 28(1) :69–81, 1995.
  - [175] R. Müller and P. Rüegsegger. Three-dimensional finite element modelling of non-invasively assessed trabecular bone structures. *Med. Eng. & Phys.*, 17 (2) :126–133, 1995.
  - [176] G.L. Niebur, M.J. Feldstein, J.C. Yuen, T.J. Chen, and T.M. Keaveny. High-resolution finite element models with tissue strength asymmetry accurately predict failure of trabecular bone. *J. Biomech.*, 33 (12) :1575–1583, 2000.
  - [177] T.M. Keaveny, T.P. Pinilla, R.P. Crawford, D.L. Kopperdahl, and A. Lou. Systematic and random errors in compression testing of trabecular bone. *J. Orthop. Res.*, 15(1) :101–110, 1997.
  - [178] F. Bini, A. Marinozzi, F. Marinozzi, and F. Patanè. Microtensile measurements of single trabeculae stiffness in human femur. *J Biomech.*, 35(11) :1515–9, 2002.
  - [179] S.D. Ryan and J.L. Williams. Tensile testing of rodlike trabeculae excised from bovine femoral bone. *J Biomech.*, 22(4) :351–5, 1989.
  - [180] K. Choi, J.L. Kuhn, M.J. Ciarelli, and S.A. Goldstein. The elastic moduli of human subchondral, trabecular, and cortical bone tissue and the size-dependency of cortical bone modulus. *J Biomech.*, 23(11) :1103–13, 1990.
  - [181] P.L. Mente and J.L. Lewis. Experimental method for the measurement of the elastic modulus of trabecular bone tissue. *J. Orthop. Res.*, 7(3) :456–461, 1989.
  - [182] J.Y. Rho, M.E. Roy, T.Y. Tsui, and G.M. Pharr. Elastic properties of microstructural components of human bone tissue as measured by nanoindentation. *J. Biomed. Mat. Res.*, 45 (1) :48–54, 1999.
  - [183] M.J. Silva, M.D. Brodt, Z. Fan, and J.Y. Rho. Nanoindentation and whole-bone bending estimates of material properties in bones from the senescence accelerated mouse samp6. *J Biomech.*, 37(11) :1639–46, 2004.

- [184] J.Y. Rho, P. Zioupos, J.D. Currey, and G.M. Pharr. Variations in the individual thick lamellar properties within osteons by nanoindentation. *Bone*, 25(3) :295–300, 1999.
- [185] T.E. Ciarelli, D.P. Fyhrie, and A.M. Parfitt. Effects of vertebral bone fragility and bone formation rate on the mineralization levels of cancellous bone from white females. *Bone*, 32(3) :311–315, 2003.
- [186] J.C. Van der Linden, D.H. Birkenhäger-Frenkel, J.A. Verhaar, and H. Weinans. Trabecular bone’s mechanical properties are affected by its non-uniform mineral distribution. *J Biomech.*, 34(12) :1573–80, 2001.
- [187] M.J. Jaasma, H.H. Bayraktara, G.L. Nieburb, and T.M. Keaveny. Biomechanical effects of intraspecimen variations in tissue modulus for trabecular bone. *J. Biomech.*, 35 (2) :237–246, 2002.
- [188] X.E. Guo and S.A. Goldstein. Is trabecular bone tissue different from cortical bone tissue ? *Forma*, 12(3,4) :185–196, 1997.
- [189] C.H. Turner, J. Rho, Y. Takano, T.Y. Tsui, and G.M. Pharr. The elastic properties of trabecular and cortical bone tissues are similar : results from two microscopic measurement techniques. *J Biomech.*, 32(4) :437–441, 1999.
- [190] R.B. Ashman, S.C. Cowin, W.C. Van Buskirk, and J.C. Rice. A continuous wave technique for the measurement of the elastic properties of cortical bone. *J Biomech.*, 17(5) :349–61, 1984.
- [191] W.R. Taylor, E. Roland, H. Ploeg, D. Hertig, R. Klabunde, M.D. Warner, M.C. Hobatho, L. Rakotomanana, and S.E. Clift. Determination of orthotropic bone elastic constants using fea and modal analysis. *J Biomech.*, 35(6) :767–73, 2002.
- [192] Z. Fan, J.G. Swadener, J.Y. Rho, M.E. Roy, and G.M. Pharr. Anisotropic properties of human tibial cortical bone as measured by nanoindentation. *J. Orthop. Res.*, 20(4) :806–810, 2002.
- [193] M.E. Roy, J.Y. Rho, T.Y. Tsui, N.D. Evans, and G.M. Pharr. Mechanical and morphological variation of the human lumbar vertebral cortical and trabecular bone. *J. Biomed. Mat. Res.*, 44 (2) :191–197, 1999.
- [194] E. F. Morgan, O. C. Yeh, and T. M. Keaveny. Damage in trabecular bone at small strains. *Eur. J. Morphol.*, 42(1-2) :13–21, 2005.
- [195] J.S. Nyman, M. Reyes, and X. Wang. Effect of ultrastructural changes on the toughness of bone. *Micron*, 36 :566–582, 2005.
- [196] J.S. Nyman, A. Roy, X. Shen, R.L. Acuna, J.H. Tyler, and X. Wang. The influence of water removal on the strength and toughness of cortical bone. *J Biomech*, 39(5) :931–938, 2006.
- [197] P. Zioupos. Ageing human bone : factors affecting its biomechanical properties and the role of collagen. *J. Biomater. Appl.*, 15(3) :187–229, 2001.
- [198] J.D. Currey. Role of collagen and other organics in the mechanical properties of bone. *Osteoporos Int.*, 14(Suppl 5) :29–36, 2003.
- [199] X. Wang, X. Shen, X. Li, and C.M. Agrawal. Age-related changes in the collagen network and toughness of bone. *Bone*, 31(1) :1–7, 2002.
- [200] X. Wang, R.A. Bank, J.M. TeKoppele, and C.M. Agrawal. The role of collagen in determining bone mechanical properties. *J Orthop Res.*, 19(6) :1021–6, 2001.
- [201] P. Zioupos, J.D. Currey, and A.J. Hamer. The role of collagen in the declining mechanical properties of aging human cortical bone. *J. Biomed. Mater. Res.*, 45(2) :108–116, 1999.
- [202] S. Viguet-Carrin, P. Garnero, and P.D. Delmas. The role of collagen in bone strength. *Osteoporos Int.*, 17(3) :319–36, 2006.
- [203] C.M. Ford and L.J. Gibson. Uniaxial strength asymmetry in cellular materials : An analytical model. *Int. J. Mech. Sci.*, 40(6) :521–531, 1998.



- 
- [204] J.L. Engerand. Mécanique de la rupture. *Techniques de l'Ingénieur, traité Génie mécanique*, B5060 :1–12.
  - [205] D. François. Essais de rupture. *Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques*, M126 :1–31.
  - [206] R.B. Cook and P. Zioupos. The fracture toughness of cancellous bone. [http://www.cranfield.ac.uk/dcmt/departments/dmas/pdfs/fracture\\_toughness\\_of\\_cancellous\\_bone.pdf](http://www.cranfield.ac.uk/dcmt/departments/dmas/pdfs/fracture_toughness_of_cancellous_bone.pdf), 2006.
  - [207] J. Yan, J.J. Jr. Mecholsky, and K.B. Clifton. How tough is bone ? application of elastic-plastic fracture mechanics to bone. *Bone*, 40 :479–484, 2007.
  - [208] P. Zioupos and J.D. Currey. Changes in the stiffness, strength and toughness of human cortical bone with age. *Bone*, 22 :57–66, 1998.
  - [209] P. Zioupos. Recent developments in the study of failure of solid biomaterials and bone : fracture and pre-fracture toughness. *Mater Sci Eng. C*, 6(1) :33–40, 1998.
  - [210] X. Wang and S. Puram. The toughness of cortical bone and its relationship with age. *Ann Biomed Eng.*, 32(1) :123–135, 2004.
  - [211] T.L. Norman, D. Vashishth, and D.B. Burr. Fracture toughness of human bone under tension. *J Biomech.*, 28(3) :309–20, 1995.
  - [212] Q.D. Yang, B.N. Cox, R.K. Nalla, and R.O. Ritchie. Fracture length scales in human cortical bone : The necessity of nonlinear fracture models. *Biomaterials*, 27 :2095–2113, 2006.
  - [213] A. Ural and D. Vashishth. Cohesive finite element modeling of age-related toughness loss in human cortical bone. *J Biomech.*, 39 :2974–2982, 2006.
  - [214] C. Berdin and C. Prioul. Relation résilience - ténacité, apports de la modélisation numérique. *Techniques de l'Ingénieur*, M 4 168 :1–18.
  - [215] G.C. Reilly and J.D. Currey. The effects of damage and microcracking on the impact strength of bone. *J Biomech.*, 33(3) :337–43, 2000.
  - [216] X. Wang, Y.J. Yoon, and H. Ji. A novel scratching approach for measuring age-related changes in the in situ toughness of bone. *J. Biomech.*, 40(6) :1401–1404, 2007.
  - [217] P. Zioupos. Accumulation of in-vivo fatigue microdamage and its relation to biomechanical properties in ageing human cortical bone. *Journal of Microscopy*, 201(2) :270–278, 2001.
  - [218] A. Ural and D. Vashishth. Anisotropy of age-related toughness loss in human cortical bone : A finite element study. *J Biomech.*, 40 :1606–1614, 2007.
  - [219] R.R. Adharapurapu, F. Jiang, and K.S. Vecchio. Dynamic fracture of bovine bone. *Materials Science and Engineering, C* 26 :1325–1332, 2006.
  - [220] Y.N. Yeni, C.U. Brown, and T.L. Norman. Influence of bone composition and apparent density on fracture toughness of the human femur and tibia. *Bone*, 22(1) :79–84, 1998.
  - [221] R.K. Nalla, J.S. Stölken, J.H. Kinney, and R.O. Ritchie. Fracture in human cortical bone : local fracture criteria and toughening mechanisms. *J Biomech.*, 38 :1517–25, 2005.
  - [222] R.K. Nalla, J.J. Kruzic, and R.O. Ritchie. On the origin of the toughness mineralized tissue : microcracking or crack bridging ? *Bone*, 34(5) :790–8, 2004.
  - [223] O. Akkus and C.M. Rimnac. Cortical bone tissue resists fatigue fracture by deceleration and arrest of microcrack growth. *J Biomech.*, 34 :757–764, 2001.
  - [224] R.K. Nalla, J.H. Kinney, and R.O. Ritchie. Effect of orientation on the in vitro fracture toughness of dentin : the role of toughening mechanisms. *Biomaterials*, 24 :3955–68, 2003.

- [225] R.K. Nalla, J.J. Kruzic, J.H. Kinney, and R.O. Ritchie. Mechanistic aspects of fracture and r-curve behavior in human cortical bone. *Biomaterials*, 26 :217–231, 2005.
- [226] D. Vashishth, K.E. Tanner, and W. Bonfield. Contribution, development and morphology of microcracking in cortical bone during crack propagation. *J Biomech.*, 33 :1169–74, 2000.
- [227] D. Vashishth, K.E. Tanner, and W. Bonfield. Experimental validation of a microcracking-based toughening mechanism for cortical bone. *J Biomech.*, 36 :121–124, 2003.
- [228] R.K. Nalla, J.J. Kruzic, J.H. Kinney, and R.O. Ritchie. Effect of aging on the toughness of human cortical bone : evaluation by r-curves. *Bone*, 35 :1240–6, 2004.
- [229] P.J. Thurner, B. Erickson, R. Jungmann, Z. Schriock, J.C. Weaver, G.E. Fantner, G. Schitter, D.E. Morse, and P.K. Hansma. High-speed photography of compressed human trabecular bone correlates whitening to microscopic damage. *Engineering Fracture Mechanics*, 74 :1928–41, 2007.
- [230] R.K. Nalla, J.J. Kruzic, J.H. Kinney, and R.O. Ritchie. Aspects of in vitro fatigue in human cortical bone :time and cycle dependent crack growth. *Biomaterials*, 26 :2183–95, 2005.
- [231] D. Taylor. Microcrack growth parameters for compact bone deduced from stiffness variations. *J Biomech.*, 31 :587–92, 1998.
- [232] P. Krawczak. Essais mécaniques des plastiques, caractéristiques à long terme et ténacité. *Techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et Composites*, AM 3 511 :1–29.
- [233] L. Rapillard, M. Charlebois, and P.K. Zysset. Compressive fatigue behavior of human vertebral trabecular bone. *J Biomech.*, 39 :2133–39, 2006.
- [234] S.M. Haddock, O.C. Yeh, P.V. Mummaneni, W.S. Rosenberg, and T.M. Keaveny. Similarity in the fatigue behavior of trabecular bone across site and species. *J Biomech.*, 37 :181–7, 2004.
- [235] C. Milgrom, A. Finestone, A. Simkin, I. Ekenman, S. Mendelson, M. Millgram, M. Nyska, E. Larsson, and D. Burr. In vivo strain measurements to evaluate the strengthening potential of exercises on the tibial bone. *J Bone Joint Surg. (Br)*, 82 :B 591–4, 2000.
- [236] D.B. Burr, C. Milgrom, D.P. Fyhrie, M. Forwood, M. Nyska, A. Finestone, S. Hoshaw, E. Saiag, and A. Simkin. In vivo measurement of human tibial strains during vigorous activity. *Bone*, 18(5) :405–10, 1996.
- [237] M.B. Schaffler and K.J. Jepsen. Fatigue and repair in bone. *Int. J. Fatigue*, 22(10) :839–846, 2000.
- [238] D.R. Carter and W.C. Hayes. Fatigue life of compact bone-i. effects of stress amplitude, temperature and density. *J Biomech.*, 9(1) :27–34, 1976.
- [239] P. Zioupos, M. Gresle, and K. Winwood. Fatigue strength of human cortical bone : Age, physical, and material heterogeneity effects. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 2007.
- [240] K. Choi and S.A. Goldstein. A comparison of the fatigue behavior of human trabecular and cortical bone tissue. *J Biomech.*, 25(12) :1371–81, 1992.
- [241] S. Dendorfer, H.J. Maier, D. Taylor, and J. Hammer. Anisotropy of the fatigue behaviour of cancellous bone. *J Biomech.*, 41(3) :636–41, 2008.
- [242] J. Yamashita, B.R. Furman, H.R. Rawls, X. Wang, and C.M. Agrawal. The use of dynamic mechanical analysis to assess the viscoelastic properties of human cortical bone. *J Biomed Mater Res.*, 58(1) :47–53, 2001.
- [243] A. Autefage. The point of view of the veterinary surgeon : bone and fracture. *Injury, Int. J. Care Injured*, 31 :S C50–55, 2000.
- [244] F. Ferreira, M.A. Vaz, and J.A. Simões. Mechanical properties of bovine cortical bone at high strain rate. *Materials Characterization*, 57 :71–79, 2006.

- 
- [245] Y.N. Yeni and D.P. Fyhrie. A rate-dependent microcrack-bridging model that can explain the strain rate dependency of cortical bone apparent yield strength. *J Biomech.*, 36 :1343–53, 2003.
  - [246] V.P.W. Shim, L.M. Yang, J.F. Liu, and V.S. Lee. Characterisation of the dynamic compressive mechanical properties of cancellous bone from the human cervical spine. *Int J Impact Eng.*, 32 :525–540, 2005.
  - [247] E. Garner, R. Lakes, T. Lee, C. Swan, and R. Brand. Viscoelastic dissipation in compact bone : Implications for stress-induced fluid flow in bone. *J Biomech Eng.*, 122 :166–172, 2000.
  - [248] P.M. Buechner and R.S. Lakes. Size effects in the elasticity and viscoelasticity of bone. *Biomechan Model Mechanobiol*, 1 :295–301, 2003.
  - [249] Y.N. Yeni, G.T. Christopherson, A.S. Turner, C.M. Les, and D.P. Fyhrie. Apparent viscoelastic anisotropy as measured from nondestructive oscillatory tests can reflect the presence of a flaw in cortical bone. *J Biomed Mater Res.*, 69A :124–130, 2004.
  - [250] J. Yamashita, X. Li, B.R. Furman, H.R. Rawls, X. Wang, and C.M. Agrawal. Collagen and bone viscoelasticity : A dynamic mechanical analysis. *J. Biomed. Mater. Res. (Appl. Biomater.)*, 63 :31–36, 2002.
  - [251] P.M. Buechner, R.S. Lakes, C. Swan, and R. A. Brand. A broadband viscoelastic spectroscopic study of bovine bone : Implications for fluid flow. *Annals of Biomedical Engineering*, 29 :719–728, 2001.
  - [252] R.M. Guedes, J.A. Simoes, and J.L. Morais. Viscoelastic behaviour and failure of bovine cancellous bone under constant strain rate. *J Biomech*, 39(1) :49–60, 2006.
  - [253] J. Töyräs, M.T. Nieminen, H. Kröger, and J.S. Jurvelin. Bone mineral density, ultrasound velocity, and broadband attenuation predict mechanical properties of trabecular bone differently. *Bone*, 31(4) :503–7, 2002.
  - [254] W.T. George and D. Vashishth. Damage mechanisms and failure modes of cortical bone under components of physiological loading. *J Orthop Res.*, 23 :1047–1053, 2005.
  - [255] G.L. Niebur, M.J. Feldstein, and T.M. Keaveny. Biaxial failure behavior of bovine tibial trabecular bone. *J Biomech Eng.*, 124 :699–705, 2002.
  - [256] S.K. Eswaran, A. Gupta, and T.M. Keaveny. Locations of bone tissue at high risk of initial failure during compressive loading of the human vertebral body. *Bone*, 41 :733–739, 2007.
  - [257] R. Müller and G.H. van Lenthe. Trabecular bone failure at the microstructural level. *Curr Osteoporos Rep.*, 4 :80–86, 2006.
  - [258] D.L. Kopperdahl and T.M. Keaveny. Yield strain behavior of trabecular bone. *J Biomech.*, 31 :601–8, 1998.
  - [259] N.L. FAZZALARI, M.R. FORWOOD, B.A. MANTHEY, K. SMITH, and P. KOLESIK. Three-dimensional confocal images of microdamage in cancellous bone. *Bone*, 23(4) :373–378, 1998.
  - [260] E. F. Morgan, O. C. Yeh, W. C. Chang, and T. M. Keaveny. Nonlinear behavior of trabecular bone at small strains. *J. Biomech. Eng.*, 123 :1–9, 2001.
  - [261] B. Martin. Aging and strength of bone as a structural material. *Calcif Tissue Int.*, 53 (Suppl 1) :S34–9, 1993.
  - [262] M.L. Bouxsein. *OSTEOPOROSIS, SECOND EDITION, chap. 19*. Academic Press, 2001.
  - [263] R.W. McCalden and M. Phil. Age-related changes in the compressive strength of cancellous bone. the relative importance of changes in density and trabecular architecture. *J Bone Joint Surg Am.*, 79 :421–7, 1997.
  - [264] T. Diab, K.W. Condon, D.B. Burr, and D. Vashishth. Age-related change in the damage morphology of human cortical bone and its role in bone fragility. *Bone*, 38 :427–431, 2006.
  - [265] C.E. Hoffer, K.E. Moore, K. Kozloff, P.K. Zysset, and S.A. Goldstein. Age, gender, and bone lamellae elastic moduli. *J. Orthop. Res.*, 18 (3) :432–437, 2000.

- [266] J.S. Nyman, A. Roy, J.H. Tyler, R.L. Acuna, H.J. Gayle, and X. Wang. Age-related factors affecting the postyield energy dissipation of human cortical bone. *J Orthop Res.*, 25 :646–655, 2007.
- [267] G. Boivin and P.J. Meunier. The degree of mineralization of bone tissue measured by computerized quantitative contact microradiography. *Calcif Tissue Int.*, 70(6) :503–511, 2002.
- [268] P. Roschger, H.S. Gupta, A. Berzlanovich, G. Ittner, D.W. Dempster, F. Fratzl, P. Cosman, M. Parisien, R. Lindsay, J.W. Nieves, and K. Klaushofer. Constant mineralization density distribution in cancellous human bone. *Bone*, 32 :316–323, 2003.
- [269] O. Akkus, F. Adar, and M.B. Schaffler. Age-related changes in physicochemical properties of mineral crystals are related to impaired mechanical function of cortical bone. *Bone*, 34(3) :443–53, 2004.
- [270] D.M.L. Cooper, C.D.L. Thomas, J.G. Clement, A.L. Turinsky, C.W. Sensen, and B. Hallgrímsson. Age-dependent change in the 3d structure of cortical porosity at the human femoral midshaft. *Bone*, 40 :957–965, 2007.
- [271] M. Ding, A. Odgaard, F. Linde, and I. Hvid. Age-related variations in the microstructure of human tibial cancellous bone. *J. Orthop. Res.*, 20(3) :615–621, 2002.
- [272] M. Ding and I. Hvid. Quantification of age-related changes in the structure model type and trabecular thickness of human tibial cancellous bone. *Bone*, 26(3) :291–5, 2000.
- [273] H. Gong, M. Zhang, H.Y. Yeung, and L. Qin. Regional variations in microstructural properties of vertebral trabeculae with aging. *J Bone Miner Metab.*, 23 :174–180, 2005.
- [274] P. Chavassieux, E. Seeman, and P.D. Delmas. Insights into material and structural basis of bone fragility from diseases associated with fractures : How determinants of the biomechanical properties of bone are compromised by disease. *Endocrine Reviews*, 28(2) :151–164, 2007.
- [275] E. Legrand, B. Bouvard, R. Levasseur, D. Chappard, and M. Audran. La densitométrie osseuse. *Revue du Rhumatisme*, 73(8) :795–803, 2006.
- [276] [http ://www.espace-sciences.org/science/10085-nos-precedentes-expositions/10093-l-os-vivant/11892-l-os-veillissant/](http://www.espace-sciences.org/science/10085-nos-precedentes-expositions/10093-l-os-vivant/11892-l-os-veillissant/).
- [277] [http ://www.orthopedie.com/](http://www.orthopedie.com/).
- [278] S. Dendorfer, H.J. Maier, and J. Hammer. How do anisotropy and age affect fatigue and damage in cancellous bone? *Stud Health Technol Inform.*, 133 :68–74, 2008.
- [279] B. Van Rietbergen, R. Huiskes, F. Eckstein, and P. Ruegsegger. Trabecular bone tissue strains in the healthy and osteoporotic human femur. *J Bone Miner Res*, 18 (10) :1781–1788, 2003.
- [280] T. Sone, T. Tamada, Y. Jo, H. Miyoshi, and M. Fukunaga. Analysis of three-dimensional microarchitecture and degree of mineralization in bone metastases from prostate cancer using synchrotron microcomputed tomography. *Bone*, 35(2) :432–438, 2004.
- [281] T.S. Kaneko, J.S. Bell, M.R. Pejcic, J. Tehranzadeh, and J.H. Keyak. Mechanical properties, density and quantitative ct scan data of trabecular bone with and without metastases. *J Biomech.*, 37 :523–530, 2004.
- [282] A.V. Schwartz and D.E. Sellmeyer. Diabetes, fracture, and bone fragility. *Curr Osteoporos Rep.*, 5(3) :105–11, 2007.
- [283] D.P. Fyhrie and M.B. Schaffler. Failure mechanisms in human vertebral cancellous bone. *Bone*, 15(1) :105–109, 1994.
- [284] N.L. Fazzalari. Trabecular microfracture. *Calcif Tissue Int.*, 53 (Suppl 1) :S143–S147, 1993.
- [285] X.G. Cheng, P.H.F. Nicholson, G. Lowet, S. Boonen, Y. Sun, P. Rüegsegger, R. Müller, and J. Dequeker. Prevalence of trabecular microcallus formation in the vertebral body and the femoral neck. *Calcif Tissue Int.*, 60 :479–484, 1997.

- 
- [286] N.L. Fazzalari, M.R. Forwood, K. Smith, B.A. Manthey, and P. Herreen. Assessment of cancellous bone quality in severe osteoarthritis : Bone mineral density, mechanics, and microdamage. *Bone*, 22(4) :381–388, 1998.
  - [287] M. Arlot, B. Burt-Pichat, J. Roux, D. Vashishth, M. Bouxsein, and P. Delmas. Microarchitecture influences microdamage accumulation in human vertebral trabecular bone. *J Bone Miner Res.*, 2008.
  - [288] D. Vashishth. Hierarchy of bone microdamage at multiple length scales. *Int J Fatigue*, 29 :1024–33, 2007.
  - [289] T. MASHIBA, C.H. TURNER, T. HIRANO, M.R. FORWOOD, C.C. JOHNSTON, and D.B. BURR. Effects of suppressed bone turnover by bisphosphonates on microdamage accumulation and biomechanical properties in clinically relevant skeletal sites in beagles. *Bone*, 28(5) :524–531, 2001.
  - [290] R.C. Dai, E.Y. Liao, C. Yang, X.P. Wu, and Y. Jiang. Microcracks : an alternative index for evaluating bone biomechanical quality. *J Bone Miner Metab.*, 22 :215–223, 2004.
  - [291] S. Komatsubara, S. Mori, T. Mashiba, J. Li, K. Nonaka, Y. Kaji, T. Akiyama, K. Miyamoto, Y. Cao, J. Kawani-shi, and H. Norimatsu. Suppressed bone turnover by long-term bisphosphonate treatment accumulates microda-mage but maintains intrinsic material properties in cortical bone of dog rib. *J Bone Miner Res.*, 19(6) :999–1005, 2004.
  - [292] P. Augat and S. Schorlemmer. The role of cortical bone and its microstructure in bone strength. *Age and Ageing*, 35 :S2 : ii27–ii31, 2006.
  - [293] D. Taylor and T.C. Lee. Microdamage and mechanical behaviour : predicting failure and remodelling in compact bone. *J Anat.*, 203 :203–211, 2003.
  - [294] T.C. Lee, T.L. Arthur, L.J. Gibson, and W.C. Hayes. Sequential labelling of microdamage in bone using chelating agents. *J Orthop Res.*, 18 :322–325, 2000.
  - [295] T.C. Lee, S. Mohsin, D. Taylor, R. Parkesh, T. Gunnlaugsson, F.J. O’Brien, M. Giehl, and W. Gowin. Detecting microdamage in bone. *J Anat.*, 203 :161–172, 2003.
  - [296] Gibson. <http://web.mit.edu/dmse/csg/recent.html>.
  - [297] E.F. Wachtel and T.M. Keaveny. Dependence of trabecular damage on mechanical strain. *J Orthop Res.*, 13 :781–7, 1997.
  - [298] D. VASHISHTH, J. KOONTZ, S.J. QIU, D. LUNDIN-CANNON, Y.N. YENI, M.B. SCHAFFLER, and D.P. FYHRIE. In vivo diffuse damage in human vertebral trabecular bone. *Bone*, 26(2) :147–152, 2000.
  - [299] N.L. Fazzalari, J.S. Kuliwaba, and M.R. Forwood. Cancellous bone microdamage in the proximal femur : Influence of age and osteoarthritis on damage morphology and regional distribution. *Bone*, 31(6) :697–702, 2002.
  - [300] T.L.A. Moore and L.J. Gibson. Fatigue microdamage in bovine trabecular bone. *J Biomech Eng.*, 125 :769–776, 2003.
  - [301] T.L. Norman and Z. Wang. Microdamage of human cortical bone : Incidence and morphology in long bones. *Bone*, 20 :375–379, 1997.
  - [302] T. Diab and D. Vashishth. Morphology, localization and accumulation of in vivo microdamage in human cortical bone. *Bone*, 40 :612–618, 2007.
  - [303] H.M. Frost. Presence of microscopic cracks in vivo in bone. *Henry Ford Hosp Med Bull*, 8 :25–35, 1960.
  - [304] M.B. Schaffler, T.M. Boyce, and D.P. Fyhrie. Tissue and matrix failure modes in human compact bone during tensile fatigue. *Proc. Orthop. Res. Soc.*, 21 :57, 1996.
  - [305] M.B. Schaffler, W.C. Pitchford, K. Choi, and J.M. Riddle. Examination of compact bone microdamage using back-scattered electron microscopy. *Bone*, 15 :488–493, 1994.

- [306] D. B. Burr and T. Stafford. Validity of the bulk-staining technique to separate artifactual from in vivo bone microdamage. *Clin Orthoped Relat Res*, 260 :305–308, 1990.
- [307] D.B. Burr and M. Hooser. Alterations to the en bloc basic fuchsin staining protocol for the demonstration of microdamage produced in vivo. *Bone*, 17(4) :431–433, 1995.
- [308] T.C. Lee, E.R. Myers, and W.C. Hayes. Fluorescence-aided detection of microdamage in compact bone. *J Anat.*, 193 :179–184, 1998.
- [309] S.S. Huja, M.S. Hasan, R. Pidaparti, C.H. Turner, L.P. Garetto, and D.B. Burr. Development of a fluorescent light technique for evaluating microdamage in bone subjected to fatigue loading. *J Biomech.*, 32 :1243–1249, 1999.
- [310] X. Wang and G.L. Niebur. Microdamage propagation in trabecular bone due to changes in loading mode. *J Biomech.*, 39 :781–790, 2006.
- [311] Ramazan Kayacan. The effect of staining on the monotonic tensile mechanical properties of human cortical bone. *J Anat.*, 211 :654–661, 2007.
- [312] S.Y. Tang and D. Vashishth. A non-invasive in vitro technique for the three-dimensional quantification of microdamage in trabecular bone. *Bone*, 40 :1259–1264, 2007.
- [313] X. Wang, D.B. Masse, H. Leng, K.P. Hess, R.D. Ross, R.K. Roeder, and G.L. Niebur. Detection of trabecular bone microdamage by micro-computed tomography. *J Biomech.*, 40 :3397–3403, 2007.
- [314] P. Zioupos, J. D. Currey, and A.J. Sedman. An examination of the micromechanics of failure of bone and antler by acoustic emission tests and laser scanning confocal microscopy. *Med Eng Phys.*, 16 :203–212, 1994.
- [315] H. Trebacz and A. Zdunek. Three-point bending and acoustic emission study of adult rat femora after immobilization and free remobilization. *J Biomech.*, 39 :237–245, 2006.
- [316] G.C. Reilly and J.D. Currey. The development of microcracking and failure in bone depends on the loading mode to which it is adapted. *J Exp Biol.*, 202 :543–552, 1999.
- [317] T.L.A. Moore and L.J. Gibson. Microdamage accumulation in bovine trabecular bone in uniaxial compression. *J Biomech Eng.*, 124 :63–71, 2002.
- [318] S. Mohsin, F.J. O’Brien, and T.C. Lee. Microcracks in compact bone : a three-dimensional view. *J Anat.*, 209 :119–124, 2006.
- [319] F.J. O’Brien, D. Taylor, G.R. Dickson, and T.C. Lee. Visualisation of three-dimensional microcracks in compact bone. *J. Anat.*, 197 :413–420, 2000.
- [320] D. Taylor and T.C. Lee. Measuring the shape and size of microcracks in bone. *J Biomech.*, 31 :1177–80, 1998.
- [321] G.K. Parsamian and T.L. Norman. Diffuse damage accumulation in the fracture process zone of human cortical bone specimens and its influence on fracture toughness. *J Mater Sci. : Mater Med.*, 12 :779–783, 2001.
- [322] Yeni YN, Norman TL, Little TM. Age-related changes in porosity and mineralization and in-service damage accumulation. *J Biomech.*, to be published, 2008.
- [323] M.B. Schaffler, K. Choi, and C. Milgrom. Aging and matrix microdamage accumulation in human compact bone. *Bone*, 17(6) :521–525, 1995.
- [324] E.I. Waldorff, S.A. Goldstein, and B.R. McCreadie. Age-dependent microdamage removal following mechanically induced microdamage in trabecular bone in vivo. *Bone*, 40 :425–432, 2007.
- [325] F.J. O’BRIEN, D.A. HARDIMAN, J.G. HAZENBERG, M.V. MERCY, S. MOHSIN, D. TAYLOR, and T.C. LEE. The behaviour of microcracks in compact bone. *European Journal of Morphology*, 42 :71–9, 2005.



- 
- [326] M.B. Schaffler, T.M. Boyce, K.D. Lundin-Cannon, C. Milgrom, and D.P. Fyhrie. Age-related architectural changes and microdamage accumulation in the human femoral neck cortex. *Trans Orthop Res Soc*, 20 :549, 1995.
  - [327] Y.N. YENI, F.J. HOU, T. CIARELLI, D. VASHISHTH, and D.P. FYHRIE. Trabecular shear stresses predict in vivo linear microcrack density but not diffuse damage in human vertebral cancellous bone. *Annals of Biomedical Engineering*, 31 :726–732, 2003.
  - [328] X. Wang, R. Zauel, D. Rao, and D. Fyhrie. Cancellous bone lamellae strongly affect microcrack propagation and apparent mechanical properties : Separation of patients with osteoporotic fracture from normal controls using a 2d nonlinear finite element method (biomechanical stereology). *Bone*, 42(6) :1184–1192, 2008.
  - [329] S. Nagaraja, M.D. Ball, and R.E. Guldberg. Time-dependent damage accumulation under stress relaxation testing of bovine trabecular bone. *International Journal of Fatigue*, 29 :1034–8, 2007.
  - [330] Y.N. Yeni, E.A. Zelman, G.W. Divine, D.G. Kim, and D.P. Fyhrie. Trabecular shear stress amplification and variability in human vertebral cancellous bone : Relationship with age, gender, spine level and trabecular architecture. *Bone*, 42 :591–596, 2008.
  - [331] T.M. Boyce, D.P. Fyhrie, M.C. Glotkowski, E.L. Radin, and M.B. Schaffler. Damage type and strain mode associations in human compact bone bending fatigue. *J Orthop Res.*, 16 :322–329, 1998.
  - [332] V. Ebacher, C. Tang, H. McKay, T.R. Oxland, P. Guy, and R. Wang. Strain redistribution and cracking behavior of human bone during bending. *Bone*, 40 :1265–75, 2007.
  - [333] G.C. Reilly. Observations of microdamage around osteocyte lacunae in bone. *J Biomech.*, 33 :1131–1134, 2000.
  - [334] P. Zioupos. On microcracks, microcracking, in-vivo, in-vitro, in-situ and other issues. *J Biomech.*, 32 :209–211, 1999.
  - [335] Y.N. Yeni, F.J. Hou, D. Vashishth, and D.P. Fyhrie. Trabecular shear stress in human vertebral cancellous bone : Intra- and interindividual variations. *J Biomech.*, 34 :1341–1346, 2001.
  - [336] D.P. Fyhrie, S.J. Hoshaw, M.S. Hamid, and F.J. Hou. Shear stress distribution in the trabeculae of human vertebral bone. *Ann. Biomed. Eng.*, 28 :1194–1199, 2000.
  - [337] S. Nagaraja, T.L. Couse, and R.E. Guldberg. Trabecular bone microdamage and microstructural stresses under uniaxial compression. *J Biomech.*, 38(4) :707–716, 2005.
  - [338] C.A. Pattin, W.E. Caler, and D.R. Carter. Cyclic mechanical property degradation during fatigue loading of cortical bone. *J Biomech.*, 29(1) :69–79, 1996.
  - [339] D. Burr. Microdamage and bone strength. *Osteoporos Int*, 14 (Suppl 5) :S67–S72, 2003.
  - [340] O.S. Sobelman, J.C. Gibeling, S.M. Stover, S.J. Hazelwood, O.C. Yeh, D.R. Shelton, and R.B. Martin. Do microcracks decrease or increase fatigue resistance in cortical bone ? *J Biomech*, 37(9) :1295–1303, 2004.
  - [341] D.B. Burr, C.H. Turner, P. Naick, M.R. Forwood, W. Ambrosius, M.S. Hasan, and R. Pidaparti. Does microdamage accumulation affect the mechanical properties of bone ? *J Biomech.*, 31 :337–345, 1998.
  - [342] T. Diab and D. Vashishth. Effects of damage morphology on cortical bone fragility. *Bone*, 37 :96–102, 2005.
  - [343] T.L. NORMAN, Y. N. YENI, C.U. BROWN, and Z. WANG. Influence of microdamage on fracture toughness of the human femur and tibia. *Bone*, 23(2) :303–306, 1998.
  - [344] S.P. Kotha and N. Guzelsu. Tensile damage and its effects on cortical bone. *Journal of Biomechanics*, 36 :1683–89, 2003.
  - [345] Y.N. Yeni and D.P. Fyhrie. Fatigue damage-fracture mechanics interaction in cortical bone. *Bone*, 30(3) :509–514, 2002.

- [346] A. Boyde. The real response of bone to exercise. *J Anat.*, 203 :173–189, 2003.
- [347] T.M. Keaveny, E.F. Wachtel, and D.L. Kopperdahl. Mechanical behavior of human trabecular bone after overloading. *J Orthop Res.*, 17(3) :346–53, 1999.
- [348] S.J. Hoshaw, D.D. Cody, A.M. Saad, and D.P. Fyhrie. Decrease in canine proximal femoral ultimate strength and stiffness due to fatigue damage. *J. Biomech.*, 30 :323–329, 1997.
- [349] O.C. Yeh and T.M. Keaveny. Relative roles of microdamage and microfracture in the mechanical behavior of trabecular bone. *J. Orthop. Res.*, 19 :1001–1007, 2001.
- [350] D.R. Carter and W.C. Hayes. Compact bone fatigue damage - residual strength and stiffness. *J Biomech.*, 10 :325–337, 1977.
- [351] P. Ammann. Les facteurs déterminants de la résistance mécanique osseuse. *Thérapie*, 58(5) :403–407, 2003.
- [352] Y.N. Yeni, X.N. Dong, D.P. Fyhrie, and C.M. Les. The dependence between the strength and stiffness of cancellous and cortical bone tissue for tension and compression : extension of a unifying principle. *Biomed Mater Eng.*, 14(3) :303–10, 2004.
- [353] S. NUZZO, M.H. LAFAGE-PROUST, E. MARTIN-BADOSA, G. BOIVIN, T. THOMAS, C. ALEXANDRE, and F. PEYRIN. Synchrotron radiation microtomography allows the analysis of three-dimensional microarchitecture and degree of mineralization of human iliac crest biopsy specimens : Effects of etidronate treatment. *J Bone Miner Res.*, 17(8) :1372–1382, 2002.
- [354] C.M. Phan, M. Matsuura, J.S. Bauer, T.C. Dunn, D. Newitt, E.M. Lochmueller, F. Eckstein, S. Majumdar, and T.M. Link. Trabecular bone structure of the calcaneus : Comparison of mr imaging at 3.0 and 1.5 t with micro-ct as the standard of reference. *Radiology*, 10 :1148, 2006.
- [355] B. Cortet, P. Dubois, N. Boutry, G. Palos, A. Cotten, and X. Marchandise. Computed tomography image analysis of the calcaneus in male osteoporosis. *Osteoporos Int.*, 13 :33–41, 2002.
- [356] H.K. GENANT, C. GORDON, Y. JIANG, T.F. LANG, T.M. LINK, and S. MAJUMDAR. Advanced imaging of bone macro and micro structure. *Bone*, 25(1) :149–152, 1999.
- [357] P.K. Saha, B.R. Gomberg, and F.W. Wehrli. Three-dimensional digital topological characterization of cancellous bone architecture. *Int J Imaging Syst Technol.*, 11 :81–90, 2000.
- [358] S. Judex, S. Boyd, Y.X. Qin, L. Miller, R. Müller, and C. Rubin. Combinig high-resolution micro-computed tomography with material composition to define the quality of bone tissue. *Curr Osteoporos Rep.*, 1 :11–19, 2003.
- [359] E. Lespessailles, C. Chappard, N. Bonnet, and C.L. Benhamou. Imagerie de la microarchitecture osseuse. *Revue du Rhumatisme*, 73 :435–443, 2006.
- [360] S. Herlidou, R. Grebe, F. Grados, N. Leuyer, P. Fardellone, and M.-E. Meyer. Influence of age and osteoporosis on calcaneus trabecular bone structure : a preliminary in vivo mri study by quantitative texture analysis. *Magnetic Resonance Imaging*, 22 :237–243, 2004.
- [361] R. Müller. Bone microarchitecture assessment : current and future trends. *Osteoporos Int.*, 14 (Suppl 5) :S89–S99, 2003.
- [362] E. Lammentausta, M.A. Hakulinen, J.S. Jurvelin, and M.T. Nieminen. Prediction of mechanical properties of trabecular bone using quantitative mri. *Phys Med Biol.*, 51(23) :6187–98, 2006.
- [363] W. Pistoia, B. van Rietbergen, A. Laib, and P. Rüegsegger. High-resolution three-dimensional-pqct images can be an adequate basis for in-vivo  $\mu$ fe analysis of bone. *J Biomech Eng.*, 123(2) :176–183, 2001.

- 
- [364] W. PISTOIA, B. VAN RIETBERGEN, E.-M. LOCHMULLER, C.A. LILL, F. ECKSTEIN, and P. RUEGSEGER. Estimation of distal radius failure load with micro-finite element analysis models based on three-dimensional peripheral quantitative computed tomography images. *Bone*, 30(6) :842–848, 2002.
  - [365] G.H. Van Lenthe, M. Stauber, and R. Müller. Specimen-specific beam models for fast and accurate prediction of human trabecular bone mechanical properties. *Bone*, 39 :1182–1189, 2006.
  - [366] F. Padilla and P. Laugier. Recent developments in trabecular bone characterization using ultrasound. *Curr Osteoporos Rep.*, 3 :64–69, 2005.
  - [367] S. CHAFFAI, F. PEYRIN, S. NUZZO, R. PORCHER, G. BERGER, and P. LAUGIER. Ultrasonic characterization of human cancellous bone using transmission and backscatter measurements : Relationships to density and microstructure. *Bone*, 30(1) :229–237, 2002.
  - [368] P.H. Nicholson and M.L. Bouxsein. Quantitative ultrasound does not reflect mechanically induced damage in human cancellous bone. *J. Bone Miner. Res.*, 15(12) :2467–72, 2000.
  - [369] P. Laugier. Ostéoporose et mesure de la résistance osseuse par ultrasons. *ITBM-RBM*, 21 :341–50, 2000.
  - [370] C.M. Langton, S.B. Palmer, and S.W. Porter. The measurement of broadband ultrasonic attenuation in cancellous bone. *Eng. Med.*, 13 :89–91, 1984.
  - [371] M.A. HAKULINEN, J. TOYRAS, S. SAARAKKALA, J. HIRVONEN, H. KROGER, and J.S. JURVELIN. Ability of ultrasound backscattering to predict mechanical properties of bovine trabecular bone. *Ultrasound Med. Biol.*, 30(7) :919–927, 2004.
  - [372] P.H. Nicholson and R. Alkalay. Quantitative ultrasound predicts bone mineral density and failure load in human lumbar vertebrae. *Clin Biomech.*, 22(6) :623–9, 2007.
  - [373] R. Hodgkinson, C.F. Njeh, J.D. Currey, and C.M. Langton. The ability of ultrasound velocity to predict the stiffness of cancellous bone in vitro. *Bone*, 21(2) :183–90, 1997.
  - [374] C.M. LANGTON, C.F. NJEH, R. HODGSKINSON, and J.D. CURREY. Prediction of mechanical properties of the human calcaneus by broadband ultrasonic attenuation. *Bone*, 18(6) :495–503, 1996.
  - [375] M.L. Frost, G.M. Blake, and I. Fogelman. Does the combination of quantitative ultrasound and dual-energy x-ray absorptiometry improve fracture discrimination? *Osteoporos Int.*, 12 :471–477, 2001.
  - [376] M. AYERS, M. PRINCE, S. AHMADI, and D.T. BARAN. Reconciling quantitative ultrasound of the calcaneus with x-ray based measurements of the central skeleton. *J. Bone And Mineral Res.*, 15(9) :1850–1855, 2000.
  - [377] M.A. Krieg, R. Barkmann, A. Gonnelli, S. ans Stewart, D.C. Bauer, L. Del Rio Barquero, J.J. Kaufman, R. Lorenc, P.D. Miller, W.P. Olszynski, C. Poiana, A.M. Schott, E.M. Lewiecki, and D. Hans. Quantitative ultrasound in the management of osteoporosis : The 2007 iscd official positions. *Journal of Clinical Densitometry*, 11(1) :163–187, 2008.
  - [378] C.F. Njeh, C.M. Boivin, and C.M. Langton. The role of ultrasound in the assessment of osteoporosis : A review. *Osteoporosis Int.*, 7 :7–22, 1997.
  - [379] M.A. Gomez, M. Defontaine, B. Giraudeau, E. Camus, L. Colin, P. Laugier, and F. Patat. In vivo performance of a matrix-based quantitative ultrasound imaging device dedicated to calcaneus investigation. *Ultrasound in Medicine and Biology*, 28(10) :1285–1293, 2002.
  - [380] R. Barkmann, P. Laugier, U. Moser, S. Dencks, F. Padilla, G. Haiat, M. Heller, and C. Glüer. A method for the estimation of femoral bone mineral density from variables of ultrasound transmission through the human femur. *Bone*, 40(1) :37–44, 2007.
  - [381] F. Padilla, F. Peyrin, and P. Laugier. Prediction of backscatter coefficient in trabecular bones using a numerical model of three-dimensional microstructure. *J. Acoust. Soc. Am.*, 113 :1122–1129, 2003.

- [382] F. Padilla, F. Jenson, and P. Laugier. Estimation of trabecular thickness using ultrasonic backscatter. *Ultrason Imaging.*, 28(1) :3–22, 2006.
- [383] E. Bossy, M. Talmant, and P. Laugier. Effect of bone cortical thickness on velocity measurements using ultrasonic axial transmission : A 2d simulation study. *J. Acoust. Soc. Am.*, 112 (1) :297–307, 2002.
- [384] P. Moilanen, M. Talmant, P.H. Nicholson, S. Cheng, J. Timonen, and P. Laugier. Ultrasonically determined thickness of long cortical bones : Three-dimensional simulations of in vitro experiments. *J. Acoust. Soc. Am.*, 122 :2439–2445, 2007.
- [385] P. Moilanen, M. Talmant, V. Bousson, P.H. Nicholson, S. Cheng, J. Timonen, and P. Laugier. Ultrasonically determined thickness of long cortical bones : Two-dimensional simulations of in vitro experiments. *J. Acoust. Soc. Am.*, 122(3) :1818–28, 2007.
- [386] A. Tatarinov, N. Sarvazyan, and A. Sarvazyan. Use of multiple acoustic wave modes for assessment of long bones : Model study. *Ultrasonics*, 43 :672–680, 2005.
- [387] A. Alizad, M. Walch, J.F. Greenleaf, and M. Fatemi. Vibrational characteristics of bone fracture and fracture repair : Application to excised rat femur. *J Biomech Eng.*, 128 :300–308, 2006.
- [388] S. Prevrhal, T. Fuerst, B. Fan, C. Njeh, D. Hans, M. Uffmann, S. Srivastav, and H.K. Genant. Quantitative ultrasound of the tibia depends on both cortical density and thickness. *Osteoporos Int.*, 12 :28–34, 2001.
- [389] M. Muller, M. Mitton, P. Moilanen, V. Bousson, M. Talmant, and P. Laugier. Prediction of bone mechanical properties using qus and pqct : Study of the human distal radius. *Med Eng Phys.*, 2008.
- [390] D. Hans, C. Wu, C.F. Njeh, S. Zhao, P. Augat, D. Newitt, T. Link, Y. Lu, S. Majumdar, and H.K. Genant. Ultrasound velocity of trabecular cubes reflects mainly bone density and elasticity. *Calcif Tissue Int.*, 64(1) :18–23, 1999.
- [391] J. Töyräs, H. Kröger, and J.S. Jurvelin. Bone properties as estimated by mineral density, ultrasound attenuation, and velocity. *Bone*, 25(6) :725–31, 1999.
- [392] S. Han, J. Medige, K. Faran, Z. Feng, and I. Ziv. The ability of quantitative ultrasound to predict the mechanical properties of trabecular bone under different strain rates. *Med Eng Phys.*, 19(8) :742–7, 1997.
- [393] J.P. Van den Bergh, G.H. van Lenthe, A.R. Hermus, F.H. Corstens, A.G. Smals, and R. Huiskes. Speed of sound reflects young’s modulus as assessed by microstructural finite element analysis. *Bone*, 26(5) :519–24, 2000.
- [394] R.B. Ashman, J.D. Corin, and C.H. Turner. Elastic properties of cancellous bone : measurement by an ultrasonic technique. *J Biomech.*, 20(10) :979–86, 1987.
- [395] D.P. Fyhrie and D. Vashishth. Bone stiffness predicts strength similarly for human vertebral cancellous bone in compression and for cortical bone in tension. *Bone*, 26(2) :169–73, 2000.
- [396] D. Hans, P. Dargent-Molina, A.M. Schott, J.L. Sebert, C. Cormier, P.O. Kotzki, P.D. Delmas, J.M. Pouilles, G. Breart, and P.J. Meunier. Ultrasonographic heel measurements to predict hip fracture in elderly women : the epidios prospective study. *The Lancet*, 348(9026) :511–514, 1996.
- [397] T. Sone, Y. Imai, T. Tomomitsu, and M. Fukunaga. Calcaneus as a site for the assessment of bone mass. *Bone*, 22(5) Suppl. :155–157, 1998.
- [398] L.K. Zarembo, V.A. Krasil’nikov, and I.E. Shkol’nik. Nonlinear acoustics in a problem of diagnosing the strength of solids. *Strength of Materials*, 21(11) :1544–1551, 1989.

# Chapitre 2

## Observations expérimentales de non-linéarités élastiques et dissipatives induites par la présence d'inhomogénéités mésoscopiques « souples »

### Sommaire

---

<b>2.1</b>	<b>Manifestations des inhomogénéités mésoscopiques « souples » en non-linéarités élastiques et dissipatives . . . . .</b>	<b>123</b>
2.1.1	Tests mécaniques quasi-statiques . . . . .	123
2.1.2	Tests en résonance acoustique . . . . .	125
2.1.3	Méthodes par propagation d'ondes acoustiques . . . . .	130
<b>2.2</b>	<b>État de l'art des études portant sur la mesure des non-linéarités élastiques et dissipatives dans le tissu osseux . . . . .</b>	<b>146</b>
2.2.1	Essai mécanique quasi-statique . . . . .	146
2.2.2	Méthode par résonance NRUS . . . . .	147
2.2.3	Génération d'harmoniques . . . . .	147
2.2.4	Interactions non-linéaires entre deux ondes acoustiques . . . . .	148
2.2.5	Conclusion . . . . .	149
	<b>Bibliographie . . . . .</b>	<b>150</b>

---

La présence d'inhomogénéités « souples » dans un matériau rigide peut produire une non-linéarité élastique, c'est-à-dire une non-linéarité dans l'équation d'état reliant contrainte et déformation, pour des petites déformations (cas d'un essai de compression quasi-statique produisant des déformations entre  $10^{-4}$  et  $10^{-2}$ ) et des très petites déformations (cas des ondes acoustiques propagatives produisant des déformations entre  $10^{-9}$  et  $10^{-6}$ , jusqu'à  $10^{-4}$  pour les ondes acoustiques résonantes). On parle d'inhomogénéités mésoscopiques dans le cas des ondes acoustiques, c'est-à-dire des défauts ou inclusions « molles » de tailles comprises entre l'échelle nanoscopique et la longueur d'onde acoustique. En pratique, ces inclusions ont des dimensions comprises entre le micromètre et le millimètre. Ces inclusions « molles » (par rapport au milieu environnant) peuvent être des fissures, des pores, des bulles de gaz dans un liquide, des dislocations dans les métaux polycristallins ou des délaminations dans les matériaux composites renforcés par fibres [1][2][3][4][5]. Les contacts entre grains dans les milieux granulaires consolidés (roches) et non consolidés (sable) constituent aussi des sources de non-linéarités mécaniques (non-linéarité élastique de Hertz [6]). En substance, ces inhomogénéités mésoscopiques possèdent deux « états d'équilibre » mécaniques : l'état ouvert et l'état fermé d'une fissure ou d'un contact entre grains. Le passage d'un état à l'autre peut être hystérétique ou non. De plus, la réponse mécanique de ces matériaux à un instant donné dépend des sollicitations mécaniques précédemment appliquées : on parle d'effet mémoire.

Un matériau peut être sondé en analysant la propagation d'ondes élastiques ou acoustiques, en particulier en mesurant la vitesse de propagation et l'atténuation. Ces deux paramètres acoustiques renseignent sur l'élasticité, la densité, la viscosité et l'hétérogénéité du milieu de propagation. Lorsque la vitesse de propagation et l'atténuation sont indépendantes de l'amplitude de l'onde acoustique, on parle d'acoustique linéaire. En revanche, au delà d'une certaine amplitude, ces deux caractéristiques acoustiques dépendent de l'amplitude de l'onde, on parle alors d'effets acoustiques non-linéaires.

Les non-linéarités élastiques produites par la présence d'inhomogénéités « souples » mésoscopiques (fissures ou contacts entre grains) apparaissent à des pressions acoustiques plus faibles et sont généralement bien supérieures à celles créées par la non-linéarité classique thermodynamique des solides et fluides homogènes et la non-linéarité géométrique de l'équation d'Euler (terme de convection) [7][8]. Le développement en série de Taylor utilisé pour modéliser la non-linéarité de l'équation d'état des fluides et des solides homogènes<sup>1</sup> est insuffisant pour décrire les effets non-linéaires élastiques observés dans les matériaux à inhomogénéités mésoscopiques. On parle alors de non-linéarités non-classiques (NLNC), par opposition aux non-linéarités thermodynamiques classiques des fluides et des solides homogènes. La modélisation d'un matériau montrant des NLNC par une série de Taylor conduit par exemple à des coefficients de non-linéarité (coefficients du développement de Taylor) non constants, dépendant de l'amplitude de la contrainte mécanique [9][10]. Cependant, la modélisation phénoménologique multi-échelle employant l'espace de Preisach-Mayergoyz permet de modéliser l'équation

---

1. Le développement du module élastique, défini par  $K = \frac{\partial \sigma}{\partial \epsilon}$  où  $\sigma$  est la contrainte et  $\epsilon$  la déformation, est couramment arrêté à l'ordre 2 :  $K = K_0 (1 - \beta\epsilon - \delta\epsilon^2)$



d'état d'un matériau montrant des NLNC par le calcul d'une distribution de densité d'unités mésoscopiques hystérétiques (fissures, contacts) caractérisées par les pressions d'ouverture et de fermeture et leurs longueurs aux états ouvert et fermé [3][11][12][13][14][15][16].

De plus, les matériaux à inhomogénéités mésoscopiques montrent des effets dissipatifs non-linéaires. Par exemple, le facteur de qualité<sup>2</sup> mesuré pendant un test de résonance diminue (les effets dissipatifs augmentent) lorsque l'amplitude de l'excitation augmente [18]. Ces effets dissipatifs non-linéaires sont attribués à la présence d'une hystérésis dans la relation contrainte-déformation [19]. D'autre part, la diffusion thermo-élastique mise en jeu au niveau des contacts entre des grains ou dans une fissure peut contribuer aux effets de dissipation non-linéaire, dits de transparence induite ou d'absorption induite, des ondes élastiques propagatives ou résonantes [20][21][22]. Ces phénomènes thermo-élastiques induisent des seuils en fréquence et en amplitude de l'onde élastique en-dessous desquels le matériau à inhomogénéités mésoscopiques ne montre pas de comportement NLNC, on parle alors de dispersion des non-linéarités acoustiques [23][24].

Enfin, les matériaux à inhomogénéités mésoscopiques montrent des effets de dynamique lente. En effet, une excitation mécanique élevée peut conditionner le matériau et modifier les propriétés élastique et dissipative du matériau. Après l'arrêt du conditionnement, le matériau retrouve progressivement ses propriétés avant conditionnement avec une durée variant entre quelques dizaines de minutes et quelques heures et en suivant une loi logarithmique du temps [18][25].

Ce chapitre vise à illustrer, dans un premier temps, de manière non-exhaustive, les divers effets élastiques et dissipatifs observés expérimentalement et induits par la présence d'inhomogénéités mésoscopiques. Dans un deuxième temps, un état de l'art des études portant sur la mesure des non-linéarités mécaniques de l'os sera présenté.

## 2.1 Manifestations des inhomogénéités mésoscopiques « souples » en non-linéarités élastiques et dissipatives

### 2.1.1 Tests mécaniques quasi-statiques

Les micro-inhomogénéités peuvent se manifester pendant un cycle de compression ou de traction quasi-statique pour de petites valeurs de déformation de l'ordre de  $10^{-3}$  (avant la limite élastique) sous forme de non-linéarité (figure 2.1) et d'hystérésis (figure 2.2) de la relation contrainte-déformation. Ce phénomène doit être distingué d'un essai quasi-statique mené au delà de la limite élastique où la relation contrainte-déformation devient non-linéaire et montre une hystérésis à cause de la déformation

---

2. Le facteur de qualité  $Q$  est une mesure de la forme, évasée (forte atténuation dans le matériau) ou fine (faible atténuation dans le matériau), d'un pic de résonance associé à un mode propre d'une structure.  $Q = f/\Delta f$  où  $f$  est la fréquence de résonance et  $\Delta f$  la largeur en fréquence du pic de résonance à  $1/\sqrt{2}$  fois la hauteur maximale de ce pic [17]. Aussi, plus  $Q$  est élevé plus les effets dissipatifs sont faibles dans le matériau.

plastique induite. Dans ce cas, l'endommagement plastique créé se manifeste par une déformation (ou une contrainte) résiduelle lorsque la contrainte (ou la déformation) revient à la valeur nulle. Au contraire, les micro-inhomogénéités ne produisent pas de déformation résiduelle (figure 2.2) [26].

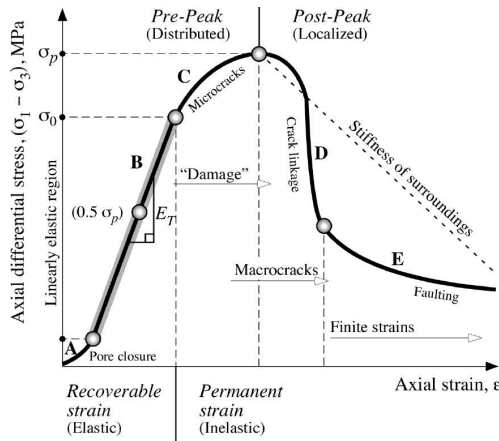


FIGURE 2.1 – Relation contrainte-déformation (stress-strain) schématique obtenue dans les roches pendant une compression uniaxiale quasi-statique jusqu'à la rupture. La région avant le point A montre une non-linéarité de la courbe due à la fermeture progressive des pores et des fissures aux petites déformations. La région B correspond au comportement élastique. L'endommagement plastique commence à la région C.

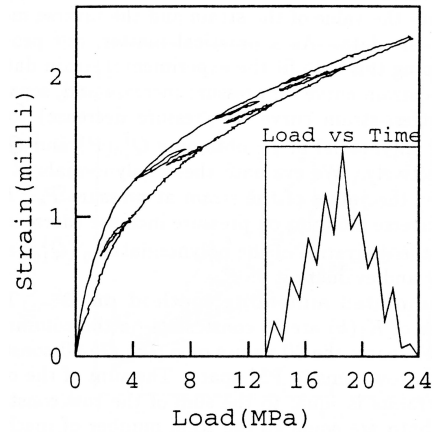


FIGURE 2.2 – Relation contrainte-déformation obtenue expérimentalement pour du grès Berea. Le protocole de l'expérience de compression quasi-statique est indiqué dans l'encart [27]. Cette zone de la loi de comportement correspond à la zone A de la figure 2.1.

Également attribuée à la présence de micro-inhomogénéités, la réalisation de petites variations dans un cycle de chargement et déchargement montre des boucles internes dont la pente dans le diagramme contrainte-déformation (module élastique) est inférieure à celle de la boucle principale (figure 2.2). Ces boucles internes n'affectent pas la courbure de la relation contrainte-déformation dans la grande boucle externe, on parle d'effet mémoire (« end-point memory » ou « discrete memory » en anglais) (figures 2.2, 2.3 et 2.4) [3][11][26].

Néanmoins, pour les roches, la vitesse de déformation pendant un test de compression quasi-statique influence l'hystérésis et la non-linéarité de la relation contrainte-déformation [28]. L'origine physique de ces effets de relaxation est mal connue à ce jour. Si la modélisation dans l'espace Preisach-Mayergoyz permet une compréhension phénoménologique de l'effet mémoire et des hystérésis dans le comportement élastique des roches, elle ne rend pas compte de l'influence de la vitesse de déformation sur l'ouverture et la fermeture des fissures ou contacts.

Enfin, une étude expérimentale et théorique montre que, pour un barreau de calcaire Indiana soumis à une flexion, les variations des coefficients élastiques de Lamé induites par la présence de

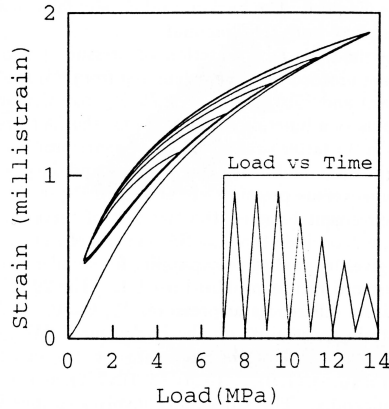


FIGURE 2.3 – Relation contrainte-déformation obtenue expérimentalement pour du grès Berea. Le protocole de l'expérience de compression quasi-statique est indiqué dans l'encart [27].

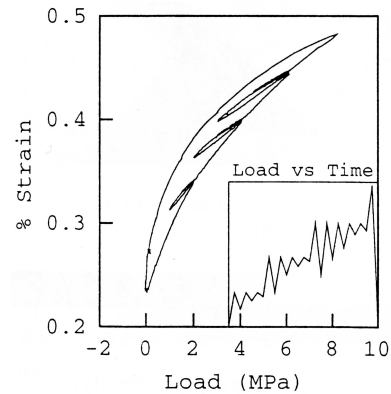


FIGURE 2.4 – Relation contrainte-déformation obtenue expérimentalement pour du grès Castlegate. Le protocole de l'expérience de compression quasi-statique est indiqué dans l'encart [27].

micro-fissures sont plus importantes en traction qu'en compression<sup>3</sup>. Le développement théorique, basé sur une approche énergétique, met en évidence un changement brusque du module élastique lorsque le matériau passe d'un état de compression à un état de traction c'est-à-dire lorsque les fissures s'ouvrent, comme il est observé dans les matériaux granulaires tel que le béton [29] et les matériaux composites renforcés par fibres, dits bilinéaires, c'est-à-dire possédant un module d'Young différent en compression et en traction [30].

## 2.1.2 Tests en résonance acoustique

### 2.1.2.1 Décalage de la fréquence de résonance et variation du facteur de qualité

La spectroscopie ultrasonore par résonance non-linéaire (NRUS : « Nonlinear Resonant Ultrasound Spectroscopy ») permet de mesurer le décalage de la fréquence de résonance et la variation du facteur de qualité lorsque l'amplitude d'excitation augmente. L'échantillon testé est typiquement préparé sous forme d'un barreau et souvent excité à la fréquence correspondant au premier mode de résonance, dit mode d'Young<sup>4</sup>. L'excitation peut être appliquée en contact ou sans contact par un haut-parleur. L'amplitude de vibration de la structure est généralement mesurée par un accéléromètre ou un vibromètre laser. Les matériaux granulaires, comme les roches, et les matériaux endommagés montrent une diminution de la fréquence de résonance jusqu'à 10% (assouplissement du matériau) pour des déformations de l'ordre de  $10^{-5}$  et une diminution du facteur de qualité lorsque l'amplitude

3. Les essais quasi-statiques de traction pure sur les roches sont très peu reportés.

4. Dans ce cas, la fréquence de résonance est donnée par  $f = \frac{1}{2L} \sqrt{\frac{E}{\rho}}$ , où  $L$ ,  $E$  et  $\rho$  sont respectivement la longueur de la barre, le module d'Young et la masse volumique.

de l'excitation augmente<sup>5</sup>. Ces variations sont toutes deux proportionnelles à l'amplitude de l'excitation pour des déformations supérieures à  $10^{-6}$  (figures 2.5 et 2.6) [18][32][33]. La théorie classique du résonateur non-linéaire de Duffing présente, quand à elle, une dépendance quadratique [34][35]. Les expériences NRUS permettent de mesurer le coefficient, noté  $\alpha$ , reliant le décalage de la fréquence de résonance à l'amplitude de l'excitation par la relation  $\Delta f/f_0 = \alpha\epsilon$ , où  $f$ ,  $\alpha$  et  $\epsilon$  sont respectivement la fréquence de résonance, le paramètre non-linéaire hystérétique et l'amplitude de la déformation.  $\alpha$  vaut typiquement entre  $10^2$  et  $10^4$  dans les matériaux granulaires ou endommagés [18][33]. Il est aussi courant de définir un paramètre équivalent pour la diminution du facteur de qualité [18]. Néanmoins, ces mêmes matériaux montrent une dépendance quadratique du décalage de la fréquence de résonance avec l'amplitude de l'excitation pour des déformations très faibles, inférieures à  $10^{-6}$  [36].

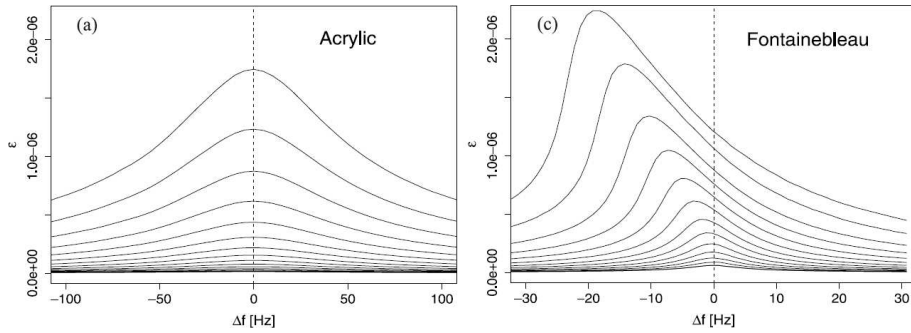


FIGURE 2.5 – L'augmentation de l'amplitude d'excitation ne provoque pas de diminution de la fréquence de résonance ni du facteur de qualité dans l'acrylique (à gauche), alors que dans le grès de Fontainebleau (à droite) la fréquence de résonance et le facteur de qualité diminuent fortement [36].

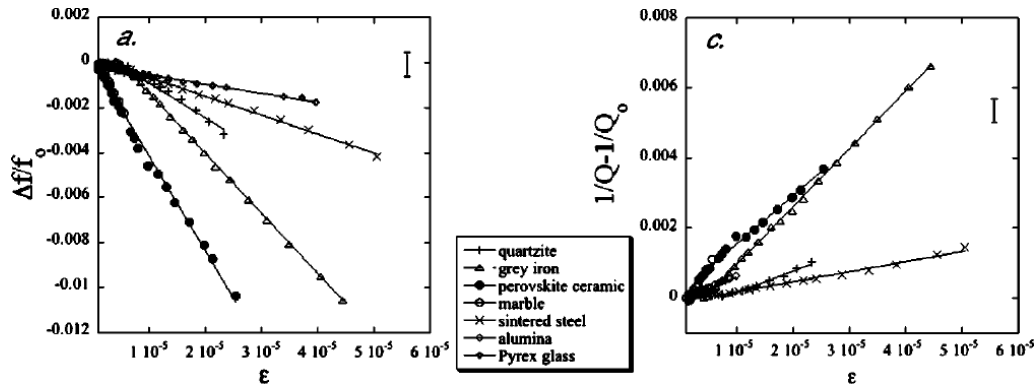


FIGURE 2.6 – Diminution de la fréquence de résonance  $f$  (à gauche) et du facteur de qualité  $Q$  (à droite) pour différents matériaux granulaires ou fissurés lors de mesures NRUS [18].

Les phénomènes d'« assouplissement » (diminution de la fréquence de résonance, donc diminution

5. La température influence aussi les effets non-linéaires mesurés par NRUS dans les roches. En effet, augmenter la température diminue la fréquence de résonance et le facteur de qualité. De plus, une hystérésis est mesurée lorsque la température est augmentée puis diminuée [31].

moyenne du module d'Young) et d'augmentation des effets dissipatifs (diminution du facteur de qualité, donc augmentation de l'atténuation dans le matériau) peuvent aussi être mesurés en faisant simultanément résonner à faible amplitude un autre mode que celui excité à forte amplitude. Cette résonance de faible amplitude montre aussi des diminutions de sa fréquence et de son facteur de qualité [37].

Enfin, les variations non-linéaires relatives élastiques, mesurées par  $\Delta f/f_0$ , et dissipatives, mesurées par  $\Delta(1/Q) = 1/Q - 1/Q_0$ , peuvent être comparées en calculant le paramètre de Read, rapport des effets relatifs dissipatifs sur les effets relatifs élastiques [38][39]. Les roches montrent en général des effets non-linéaires élastiques plus importants que les effets dissipatifs. Cependant, le Pyrex fissuré montre des effets dissipatifs légèrement plus importants que les effets élastiques [18].

### 2.1.2.2 Phénomène de dynamique lente

Après une excitation forcée de forte amplitude, dite conditionnement, les matériaux à inhomogénéités mésoscopiques changent d'état d'équilibre, l'élasticité et l'atténuation vues par des ondes élastiques sont alors modifiées [40]. Cependant, lorsque le conditionnement est stoppé, le matériau retrouve progressivement ses propriétés élastique et dissipative originelles. Ce phénomène de recouvrement, appelé dynamique lente (« Slowdynamics » en anglais), évolue selon une loi logarithmique du temps (figure 2.7). Les durées caractéristiques de recouvrement sont de l'ordre de  $10^3 - 10^4$  secondes [18][41].

Lorsque le protocole de mesure applique des déformations suffisamment importantes, il peut constituer lui-même un conditionnement. Alors, une hystérésis peut apparaître lorsque la fréquence est augmentée puis diminuée (figure 2.8).

### 2.1.2.3 Sensibilité au niveau d'endommagement

La méthode NRUS montre que les diminutions de la fréquence de résonance et du facteur de qualité lorsque l'amplitude de l'excitation augmente est sensible au niveau d'endommagement du matériau. Par exemple, ces effets non-linéaires élastique et dissipatif augmentent avec le niveau d'endommagement dans le béton (figure 2.9) et les matériaux composites à matrice polymère renforcés par fibres [43][44][45][46][47]. Le temps caractéristique de dynamique lente augmente aussi avec le niveau d'endommagement [48].

Très peu d'études ont tenté de corrélérer le niveau d'endommagement objectivé par une quantification histologique au microscope et le niveau de non-linéarité acoustique [46]. Néanmoins, un travail récent a quantifié par microscopie à lumière naturelle le pourcentage surfacique de délamination dans des plaques en composite à matrice polymère renforcée par fibres de carbone endommagées thermiquement à différentes températures et pendant différentes durées [49]. La non-linéarité mécanique a ensuite été mesurée par une méthode proche de la méthode NRUS, dite Spectroscopie par Réverbération Non-linéaire. L'échantillon est excité par un haut-parleur à une fréquence proche de celle

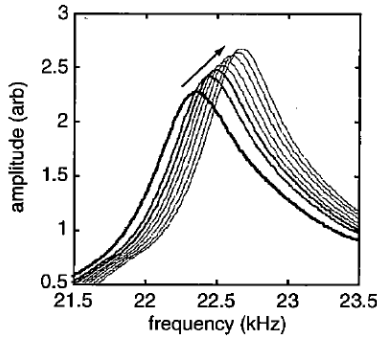


FIGURE 2.7 – Après un conditionnement par une excitation de forte amplitude, un matériau exhibant des non-linéarités non-classiques retrouve progressivement ses propriétés élastique et dissipative. Le retour de ces propriétés à leur valeur initiale est obtenu en mesurant la fréquence de résonance et le facteur de qualité avec une amplitude de déformation très faible. La flèche indique le déroulement du temps [42].

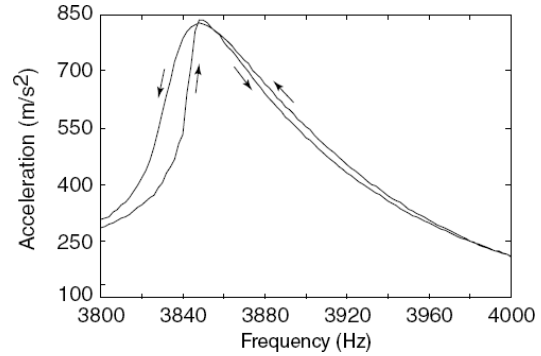


FIGURE 2.8 – Mesure en résonance sur un échantillon de grès Berea. La fréquence est d'abord augmentée puis diminuée (voir flèches sur la figure). Une réduction du module élastique subsiste après une période de déformations élevées. Lors du balayage de fréquence décroissant, la fréquence de résonance a diminué [25].

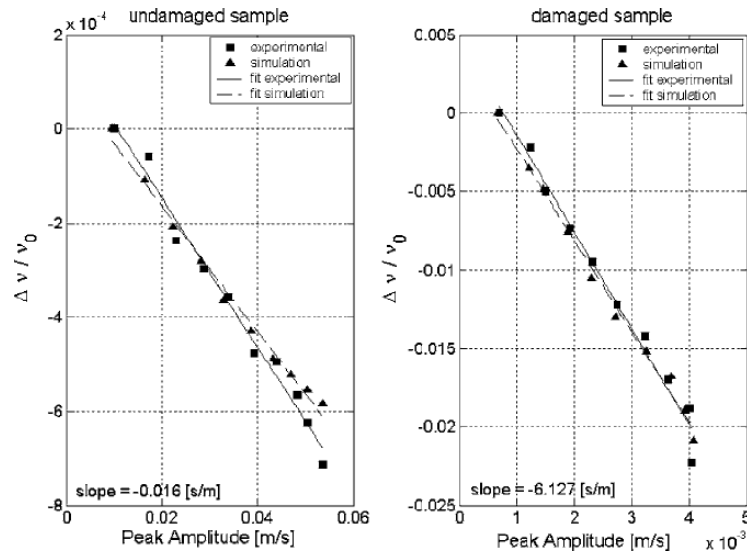


FIGURE 2.9 – Diminution de la fréquence de résonance en fonction de l'amplitude de l'excitation dans le béton sain (à gauche) et le béton endommagé (à droite). Le paramètre  $\alpha$  est multiplié par 400 environ [48].

d'un mode de résonance de la pièce testée, puis l'excitation est coupée. L'échantillon résonne alors librement à sa fréquence naturelle. Au cours de l'amortissement de la résonance, les augmentations de la fréquence de résonance naturelle et du facteur de qualité sont mesurées, à l'instar de la mesure NRUS. Le paramètre  $\alpha$  mesuré montre une bonne corrélation avec la densité surfacique de délamination.



#### 2.1.2.4 Influence du fluide saturant

La présence d'un fluide dans les pores ou les micro-fissures peut complexifier le comportement mécanique non-linéaire des matériaux montrant des fortes non-linéarités mécaniques. En effet, des forces de capillarité induites par la présence d'un liquide modifient le comportement des fissures. Le cas des roches a particulièrement été étudié [50]. La saturation en eau influence l'importance et le type des non-linéarités acoustiques. Par exemple, la mesure du paramètre de non-linéarité  $\alpha$  par NRUS peut montrer une forte augmentation jusqu'à une saturation en eau de 25% comme dans le grès et le calcaire, ou une forte diminution comme dans la craie. Au-delà de 25%, la saturation en eau est tantôt peu influente sur la mesure de  $\alpha$ , tantôt influente en diminuant de façon non monotone le paramètre non-linéaire (figure 2.10) [33][50].

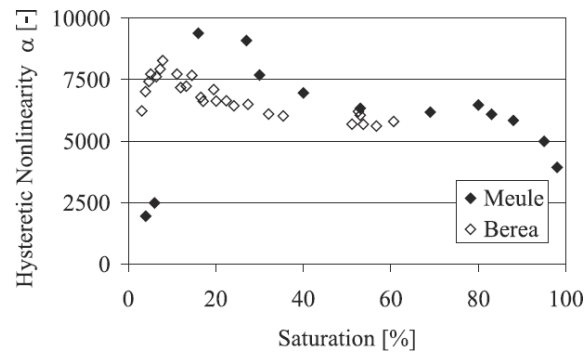


FIGURE 2.10 – Influence de la saturation en eau sur la mesure du paramètre non-linéaire  $\alpha$  dans les grès Meule et Berea [50].

#### 2.1.2.5 Signification du paramètre non-linéaire $\alpha$

Le paramètre non-linéaire  $\alpha$ , dit paramètre non-linéaire hystérétique ou paramètre de non-linéarité non-classique, est issu de la modélisation phénoménologique multi-échelle employant l'espace de Preisach-Mayergoyz (figure 2.11) [3]. Dans le cas des ondes acoustiques, on peut supposer la densité d'unités mésoscopiques hystérétiques (fissures) uniforme car les variations de pression (ou déformation) acoustique sont relativement faibles. En supposant, de plus, que ces inclusions « molles » possèdent toutes les mêmes largeurs aux états ouvert et fermé, et que leurs pressions d'ouverture et de fermeture sont égales, une modélisation analytique devient possible. On peut alors définir un paramètre non-linéaire  $\alpha$  et compléter le développement non-linéaire en série de Taylor du module élastique  $K$  par un terme prenant en compte les effets non-linéaires hystérétiques [34][51] :

$$K = K_0(1 - \beta\epsilon - \delta\epsilon^2 - \alpha(\Delta\epsilon + \epsilon \operatorname{sign}(\dot{\epsilon}))), \quad (2.1)$$

où  $\Delta\epsilon$  est l'excursion maximale en déformation qui dépend de l'histoire de la déformation vécue par le matériau et  $\dot{\epsilon}$  la dérivée temporelle de la déformation. Pour le cas d'une onde sinusoïdale d'amplitude

constante,  $\Delta\epsilon$  est égal à l'amplitude de l'onde.

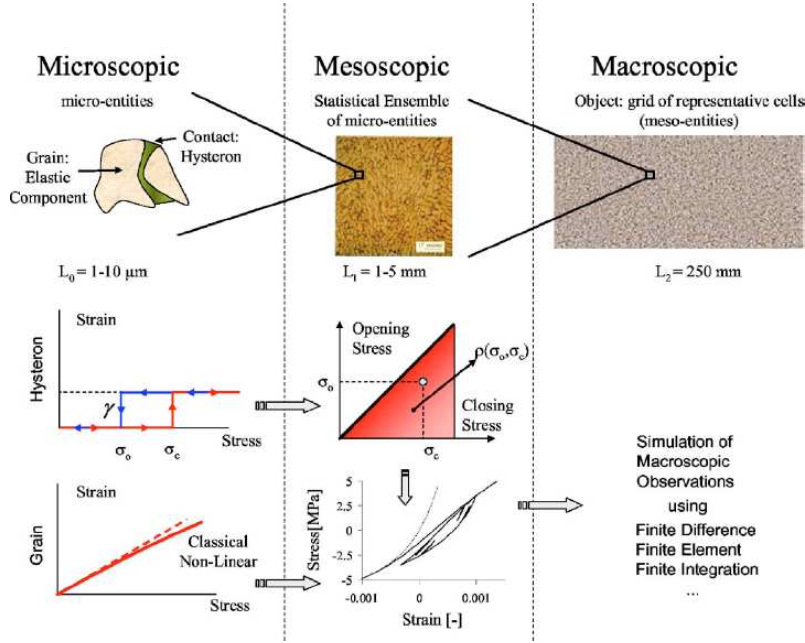


FIGURE 2.11 – Représentation schématique de l'approche phénoménologique multi-échelle utilisant l'espace de Preisach-Mayergoyz pour considérer la réponse mécanique d'une population de contacts ou fissures (hystérons) de pressions d'ouverture  $\sigma_o$  et de fermeture  $\sigma_c$  différentes. La non-linéarité classique de la loi de comportement du matériau environnant les hystérons est également prise en compte [52].

Ce terme additionnel au développement classique en série de Taylor permet de rendre compte qualitativement des phénomènes acoustiques non-linéaires non-classiques observés dans les matériaux à inhomogénéités mésoscopiques. Le paramètre  $\alpha$  est une mesure du caractère hystérétique du matériau, proportionnel à une densité de fissures et à la capacité d'ouverture moyenne de celles-ci [52].

Des modèles semi-analytiques proches, avec quatre paramètres non-linéaires pour distinguer les phases de compression et traction, ont été exploités pour modéliser les NLNC élastiques et dissipatives induites par les mouvements et les ruptures de dislocations dans certains métaux polycristallins [5][53].

### 2.1.3 Méthodes par propagation d'ondes acoustiques

Les non-linéarités élastiques et dissipatives peuvent également être mesurées en étudiant la propagation des ondes acoustiques :

- en mesurant les variations de l'élasticité, par la variation de la vitesse de propagation acoustique<sup>6</sup>, et de l'atténuation acoustique dans un matériau soumis à un état de contrainte variant

6. La vitesse de propagation acoustique  $c$  est reliée au module élastique  $K$  par la relation

- de façon quasi-statique (mesures acousto-élastiques),
- en observant la distorsion d’une onde monochromatique au cours de sa propagation,
- en mesurant l’interaction entre deux ondes acoustiques de fréquences différentes.

### 2.1.3.1 Mesures acousto-élastiques

La vitesse de propagation des ondes de compression, de cisaillement ou de surface augmente en général<sup>7</sup> lorsque le milieu de propagation est soumis à une compression uniaxiale (par une machine de traction/compression uniaxiale) ou triaxiale (dans une enceinte hermétique emplies d’un liquide dont la pression est augmentée). Dans les fluides et les solides homogènes, la vitesse de propagation augmente linéairement avec la contrainte compressive<sup>8</sup> (figure 2.12). Inversement, diminuer la pression dans un fluide ou exercer une traction sur un solide diminue la vitesse de propagation acoustique<sup>9</sup>. L’effet acousto-élastique a particulièrement été étudié dans les solides non endommagés soumis à une contrainte uniaxiale ou hydrostatique [60][61][62][63][64] et dans les fluides<sup>10</sup> [66]. En revanche, dans les roches, les matériaux fissurés ou les milieux granulaires non consolidés, cette relation est non-linéaire, peut présenter une hystérésis lors de cycles de chargement et déchargement et les variations de la vitesse de propagation peuvent être nettement supérieures à celles mesurées dans les matériaux homogènes (figures 2.12 et 2.13) [67][68][69][70].

Il existe aussi un effet sur l’atténuation des ondes acoustiques : l’augmentation de la contrainte compressive diminue généralement l’atténuation acoustique [72][73]. Ce phénomène s’explique par la fermeture progressive des fissures.

#### *Modélisation de l’effet acousto-élastique*

A partir du développement du module élastique en série de Taylor jusqu’à l’ordre 2 sans le terme de non-linéarité hystérétique (équation 2.1), la relation entre la vitesse de propagation  $c$  et la déformation  $\epsilon$  peut s’exprimer par un polynôme du second degré. Si les variations de la vitesse de propagation sont faibles devant la valeur à déformation nulle, on peut écrire :

$$c \approx \sqrt{\frac{K_0}{\rho_0}} (1 - \beta\epsilon - \delta\epsilon^2)^{1/2} \approx c_0 \left( 1 - \beta/2 \epsilon - (\delta/2 + \beta^2/8)\epsilon^2 \right), \quad (2.2)$$

---

$c = \sqrt{\frac{K}{\rho}}$ , où  $\rho$  est la masse volumique du matériau.

7. Il existe quelques exceptions comme le verre Pyrex et la silice pure pour lesquels une compression triaxiale provoque une diminution de la vitesse de propagation.

8. Une bonne connaissance de l’effet acousto-élastique dans un matériau permet, à l’inverse, de mesurer des contraintes internes résiduelles dans un solide, comme les métaux ayant subis un traitement thermique [54][55].

9. Les études rapportant les effets acousto-élastiques dans les solides soumis à une traction et à une compression sont rares [56][57][58][59].

10. La vitesse de propagation dans les fluides est aussi influencée par la température. Néanmoins, cet effet influence généralement peu la propagation des ondes acoustiques [65].

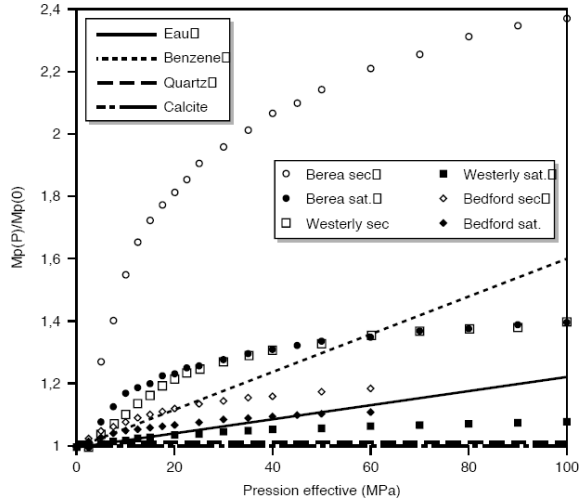


FIGURE 2.12 – Variation du module élastique de compression, noté  $M_p$ , calculé à partir de la vitesse de propagation des ondes de compression  $c_L$ ,  $M_p = \rho c_L^2$ . Le module élastique est normalisé par sa valeur à la pression atmosphérique (pression effective nulle) [71].

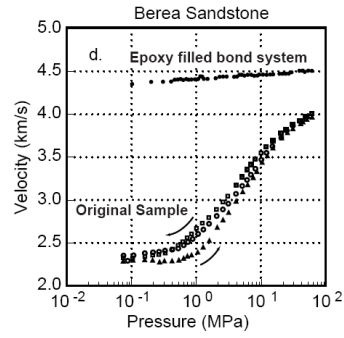


FIGURE 2.13 – Effet acousto-élastique mesuré pour les ondes de compression dans le grès Berea. La première charge est représentée par les cercles ouverts, le déchargement par les carrés ouverts et le deuxième chargement par les triangles pleins. Lorsque la roche est saturée d'une résine epoxy peu visqueuse, polymérisée après centrifugation de l'échantillon, l'effet acousto-élastique devient très faible. Le comblement de la micro-porosité par la résine prouve l'importance des micro-fissures dans l'effet acousto-élastique [67].

où  $\beta$  est le paramètre de non-linéarité quadratique,  $\delta$  le paramètre de non-linéarité cubique,  $c_0$  la vitesse de propagation des ondes acoustiques et  $K_0$  le module élastique de compression s'il s'agit d'ondes de compression ou le module élastique de cisaillement si il s'agit d'ondes de cisaillement [34]. Les paramètres non-linéaires  $\beta$  et  $\delta$  peuvent prendre un signe positif ou négatif. Pour les fluides et les solides non endommagés,  $\beta$  et  $\delta$  sont généralement positifs.

Si on exprime la relation 2.2 en fonction de la pression  $p$ , avec  $\epsilon = -p/K_0$ , on obtient <sup>11</sup> :

$$c \approx c_0 \left( 1 + \beta/2 (p/K_0) - (\delta/2 + \beta^2/8)(p/K_0)^2 \right). \quad (2.3)$$

Pour les fluides et les solides homogènes, le paramètre de non-linéarité cubique  $\delta$  est de l'ordre de  $\beta^2$  [27][65][74].

#### Point d'inflexion dans l'effet acousto-élastique

Dans les roches, les vitesses de propagation sont des fonctions non-linéaires de la contrainte statique. Pour des pressions de confinement supérieures à 10 MPa, l'augmentation de la vitesse de propagation montre une saturation lorsque la pression s'exerçant sur l'échantillon augmente ( $\delta > 0$ ) (figures 2.12 et 2.13). Ce comportement peut s'expliquer simplement par le fait que les micro-fissures ou les contacts

11. Lorsque les paramètres non-linéaires  $\beta$  et  $\delta$  sont définis à partir de l'équation d'état et non à partir du développement du module élastique, l'expression obtenue est :  $c \approx c_0 (1 + \beta \epsilon + 1/2 (3\delta - \beta^2)\epsilon^2)$  [1].

entre les grains se ferment à mesure que la contrainte statique augmente. Alors les ondes acoustiques rencontrent de moins en moins d'obstacles et de fait leur vitesse de propagation augmente [75][76]. Lorsque toutes les fissures et les contacts sont fermés, la vitesse de propagation est constante (les paramètres non-linéaires  $\beta$  et  $\delta$  sont nuls), malgré l'augmentation de la contrainte externe. On entre alors dans la loi de comportement élastique du matériau (la relation entre la contrainte et la déformation est linéaire).

Les essais acousto-élastiques sont rarement réalisés à des pressions hydrostatiques inférieures à 100 bar (10 MPa), soit une déformation entre  $10^{-4}$  et  $10^{-3}$  pour un module élastique entre 10 et 100 GPa<sup>12</sup>. Les résultats reportés à ces pressions hydrostatiques relativement faibles montrent souvent un point d'inflexion dans la relation entre la vitesse de propagation et la pression hydrostatique (figure 2.14) [79][80][81].

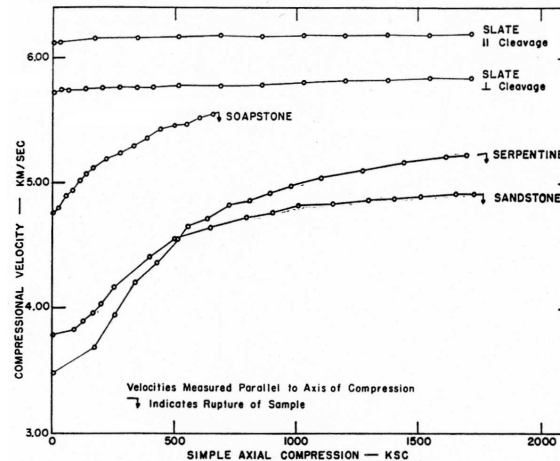


FIGURE 2.14 – Mesure de l'effet acousto-élastique pour la vitesse de propagation des ondes de compression dans l'ardoise (slate), la stéatite (soapstone), la serpentine, et le grès (sandstone), soumis à une compression uniaxiale. La vitesse est mesurée dans la direction parallèle à l'axe de la compression. L'unité KSC signifie *Kilopond per Square Centimeter* et est équivalente à 1 bar [81].

La forme de cette sigmoïde et la position du point d'inflexion sont influencées par le niveau d'endommagement et la saturation en eau (figures 2.15 et 2.16) [79][80][82]. Pour un milieu granulaire non consolidé constitué de billes sphériques et dans l'hypothèse de contacts lisses permettant un glissement réversible, les modèles théoriques montrent que la sigmoïde dans l'effet acousto-élastique est conditionnée par le rapport entre le rayon de la surface de contact à pression atmosphérique sur le rayon des billes [83]. Ce point d'inflexion existe probablement pour tous les matériaux granulaires et fissurés et se produit pour une contrainte inférieure à 10 MPa. Si, à la pression atmosphérique, les surfaces des grains ou des micro-fissures ne sont pas en contact, l'augmentation de la pression hydrostatique conduit d'abord à mettre en contact les grains ou les aspérités des interfaces d'une

12. Le module d'Young des roches est typiquement compris entre 10 et 100 GPa [17][77][78].

fissure (effet acousto-élastique avec une loi de puissance supérieure à 1,  $\delta < 0$ ). Ensuite, les grains et les aspérités à l'intérieur des fissures se déforment en rencontrant une rigidité croissante à mesure que la pression hydrostatique augmente (effet acousto-élastique avec une loi de puissance inférieure à 1,  $\delta > 0$ ). Ce point d'inflexion apparaît de manière plus ou moins brutale, car il est parfois visible sur une échelle linéaire de la contrainte appliquée (figures 2.14 et 2.16), parfois uniquement visible sur une échelle logarithmique (figures 2.13 et 2.15).

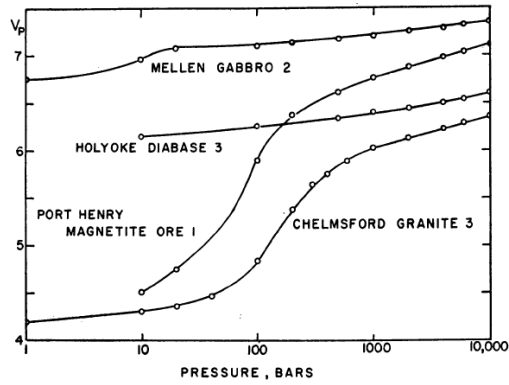


FIGURE 2.15 – Effet acousto-élastique mesuré pour les ondes de compression dans plusieurs roches soumises à une pression hydrostatique [84].

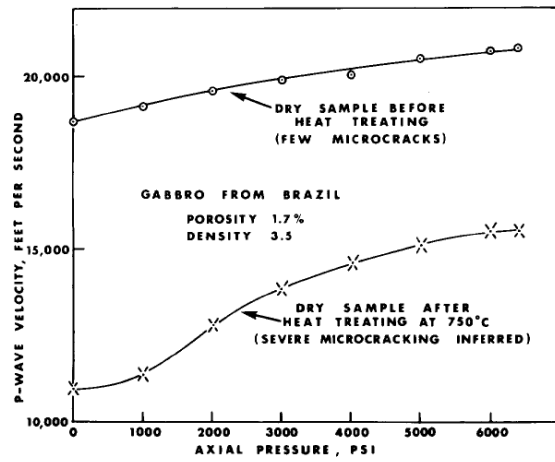


FIGURE 2.16 – Influence du niveau d'endommagement sur l'effet acousto-élastique dans le gabbro (roche magmatique) soumis à une compression uniaxiale [79]. L'endommagement est créé par un choc thermique. Remarque :  $10000 \text{ feet/s} = 3048 \text{ m/s}$  et  $1000 \text{ PSI} = 6.895 \text{ MPa}$ .

En modélisant une mesure acousto-élastique par une fonction du type :  $c = A \tan(Bp) + D$ , où  $c$  est la vitesse de propagation des ondes de compression et  $p$  est la pression de confinement, il est possible de calculer les paramètres non-linéaires classiques  $\beta$  et  $\delta$  en utilisant la relation 2.3.  $A$ ,  $B$  et  $D$  sont des coefficients à déterminer. Par exemple, en utilisant les mesures obtenues pour le grès de Berea (figure 2.13), les coefficients sont  $A = 1.114 \times 10^3$ ,  $B = 2 \times 10^{-7}$  et  $D = 2350$  (figure 2.17). La masse volumique  $\rho$  du grès de Berea est fixée à  $2300 \text{ kg/m}^3$  (valeur moyenne pour le grès) et le module élastique local  $K$  est égal à  $\rho c^2$ . Aussi, la variation du module élastique en fonction de la pression de confinement peut être calculée à partir de la mesure acousto-élastique. Puis, en admettant un développement local jusqu'à l'ordre 2 autour d'une valeur du module élastique  $K_0(p)$  ( $K(p) = K_0(p) + \beta(p)p - \delta(p)/K_0(p)p^2$ ), il est possible de calculer localement les paramètres non-linéaires  $\beta$  et  $\delta$ , autour d'une pression (abscisse de la valeur  $K_0(p)$ ) et pour de petites variations



autour de cette pression. Les paramètres non-linéaires locaux sont donnés par :

$$\begin{aligned}\delta &= -\frac{K_0(p)}{2} \frac{\partial^2 K}{\partial p^2} \\ \beta &= \frac{\partial K}{\partial p} + 2\delta p / K_0(p)\end{aligned}\tag{2.4}$$

Le calcul local des paramètres non-linéaires  $\beta$  et  $\delta$  fournit des valeurs en accord avec celles obtenues de la non-linéarité de la relation contrainte-déformation à des déformation de l'ordre de 0.1% pendant un essai de compression quasi-statique. En effet, on obtient une valeur de  $\beta$  de l'ordre de  $10^3$  et de l'ordre de  $10^6$  pour  $\delta$  à partir des données expérimentales acousto-élastiques dans le grès de Berea. On remarque également que le paramètre  $\delta$  change de signe au niveau du point d'inflexion (figure 2.17).

En considérant une variation dynamique sinusoïdale de la pression autour de la pression atmosphérique (cas de l'onde acoustique basse-fréquence dans la méthode expérimentale présentée dans le chapitre 3), et si on suppose que le point d'inflexion se produit à une pression supérieure à la pression atmosphérique, lorsque l'amplitude de cette variation de pression augmente, on constate d'abord une augmentation moyenne du module élastique puis une diminution moyenne.

#### *L'effet acousto-élastique dans les milieux granulaires non consolidés*

Dans les milieux granulaires non consolidés (sable ou milieu constitué de billes par exemple), la vitesse de propagation ultrasonore augmente lorsque la pression statique exercée sur le milieu granulaire augmente (figure 2.18). La théorie de Hertz [6] prédit une relation en puissance 1/6 qui est observée expérimentalement pour de fortes contraintes statiques (supérieures à 50 kPa). La loi en puissance 1/4, observée pour des contraintes statiques plus faibles, correspond à une loi de Hertz avec une augmentation du nombre de contacts lorsque la contrainte statique augmente [70][85][86][87].

#### *Influence de la saturation en eau*

Comme l'indique la figure 2.12, une roche saturée en eau présente des effets acousto-élastiques d'amplitude et de type différents du cas où la roche est sèche [88]. Par exemple, dans les roches, l'écart entre la vitesse de propagation à pression atmosphérique et pour une contrainte statique très élevée (100 MPa) est plus faible lorsque le matériau est saturé d'eau. Néanmoins pour de faibles pressions hydrostatiques (inférieures à 10 MPa), la courbure de la loi reliant la vitesse de propagation à la contrainte statique augmente lorsque les roches sont saturées d'eau (figures 2.19 et 2.24) [80][82]. Par ailleurs, les roches saturées d'eau sont plus atténuantes que les roches sèches, et l'effet acousto-élastique sur l'atténuation des ondes acoustiques est également amplifié par la saturation en eau<sup>13</sup>

13. La température influence également l'effet acousto-élastique dans les roches [89] et complexifie le vaste problème étudié par les géophysiciens : connaître la vitesse de propagation et l'atténuation des ondes sismiques en fonction des propriétés des roches. La résolution du problème inverse (connaître les propriétés des roches à partir de la vitesse de propagation et de l'atténuation) est d'autant plus complexe que la propagation acoustique dépend de nombreux paramètres qui évoluent

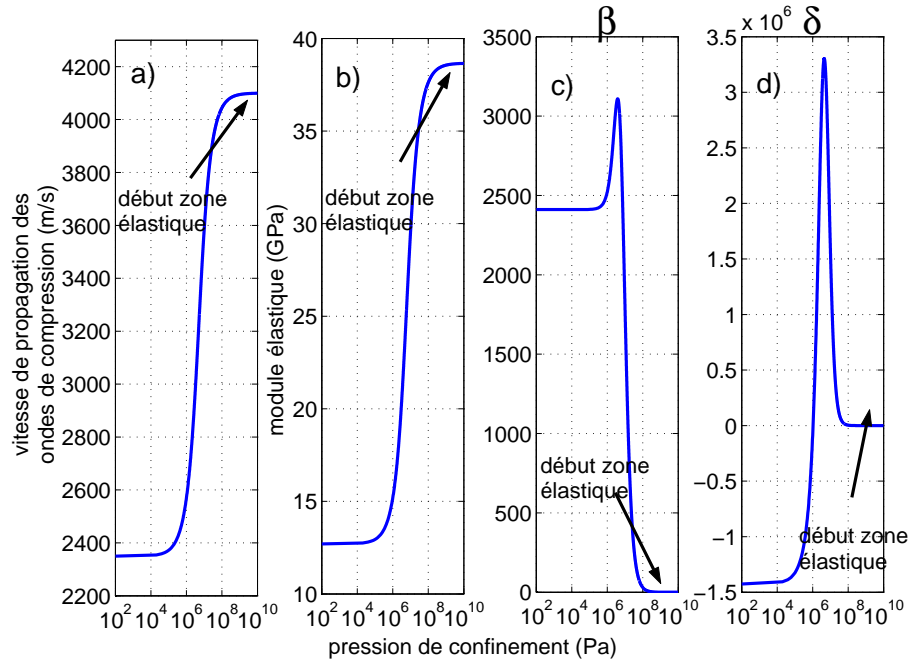


FIGURE 2.17 – Variations acousto-élastiques de la vitesse de propagation (a) et du module élastique correspondant (b). Calcul local (pour de petites variations de pression autour d'une pression de confinement) des paramètres non-linéaires classiques  $\beta$  (c) et  $\delta$  (d) à partir d'une mesure acousto-élastique. Les valeurs utilisées sont des valeurs typiques pour le grès de Berea [67]. Le paramètre  $\beta$  est de l'ordre de  $10^3$  et le paramètre  $\delta$  de l'ordre de  $10^6$ , en accord avec les valeurs tirées de la loi de comportement quasi-statique pour des déformations inférieures à 0.1% (figure 2.2).

(figure 2.19) [80].

#### *Influence de la morphologie des fissures*

L'effet acousto-élastique est d'autant plus important que le rapport d'aspect<sup>14</sup> des fissures ou des pores est élevé [90][91][92]. En outre, la distribution des tailles des fissures et des grains en contact ainsi que la géométrie des aspérités à l'intérieur des fissures conditionnent la courbure de la relation entre la vitesse de propagation acoustique et la pression hydrostatique [76][93].

#### *Anisotropie de l'effet acousto-élastique, influence de l'orientation des fissures*

Pour les roches, lorsque la contrainte est hydrostatique ou triaxiale, l'effet acousto-élastique est isotrope pour les ondes de compression et de cisaillement (figure 2.20).

dans la profondeur du manteau terrestre : la composition chimique des roches, de l'architecture microscopique (agencement et taille des grains si c'est une roche granulaire consolidée), du niveau de micro-fissuration et éventuellement de l'orientation des micro-fissures, de la température, de la saturation en eau, et de l'état de contrainte.

14. Le rapport d'aspect correspond au rapport entre la grande dimension et la petite dimension d'une fissure.

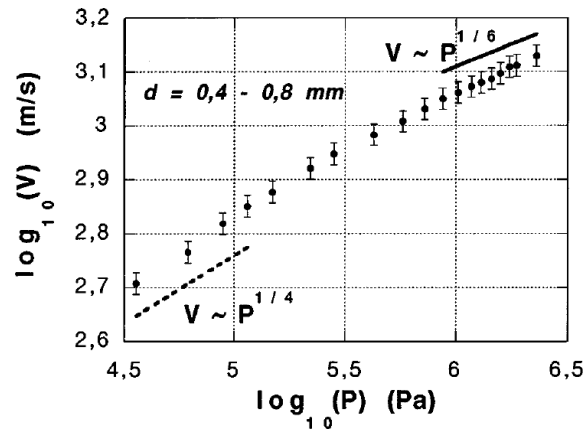


FIGURE 2.18 – Vitesse de propagation d’une impulsion ultrasonore de fréquence centrale 500 kHz dans un milieu de billes de verre de diamètres compris entre 0.4 et 0.8 mm saturé d’air en fonction de la pression statique appliquée sur le milieu [86].

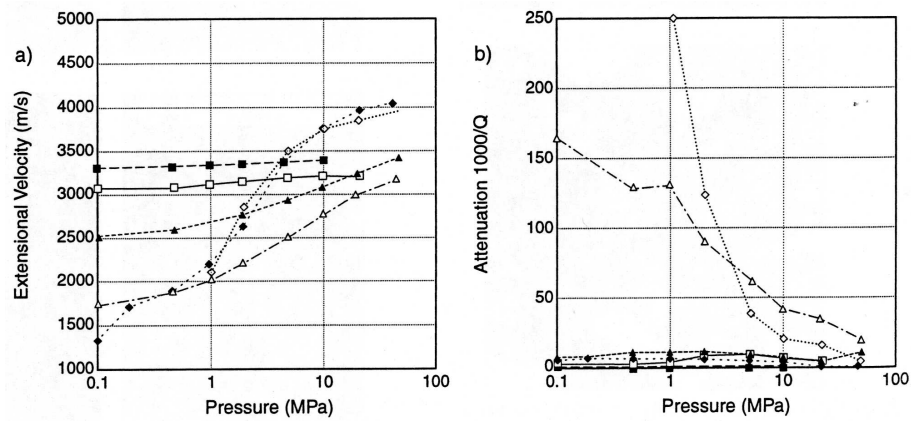


FIGURE 2.19 – Mesure de l’effet acousto-élastique sur la vitesse de propagation (a) et l’atténuation (b) des ondes acoustiques dans les roches : calcaire Lavoux (carrés), grès Fontainebleau (losange) et grès Meule (triangle). Les symboles pleins représentent les roches à l’état sec et les symboles vides à l’état saturé d’eau. [80].

Cette observation signifie aussi que les micro-fissures et les contacts entre grains sont répartis de manière homogène et orientés de façon aléatoire dans le matériau. Cependant lorsque la contrainte est uniaxiale, l’effet acousto-élastique devient anisotrope pour les deux types d’ondes [95]. Selon la micro-architecture de la roche et la direction de propagation acoustique par rapport à la direction de la compression quasi-statique, les vitesses de propagation peuvent diminuer lorsque la contrainte uniaxiale augmente (figure 2.21).

Dans le cas de matériaux non-granulaires fissurés, si les fissures sont orientées dans une direction préférentielle, alors l’effet acousto-élastique est anisotrope, même pour une contrainte extérieure hydrostatique.

De fait, une traction uniaxiale crée des fissures dont le plan est perpendiculaire à la direction du chargement (figure 2.22). Au contraire, une compression uniaxiale crée des fissures dont le plan est

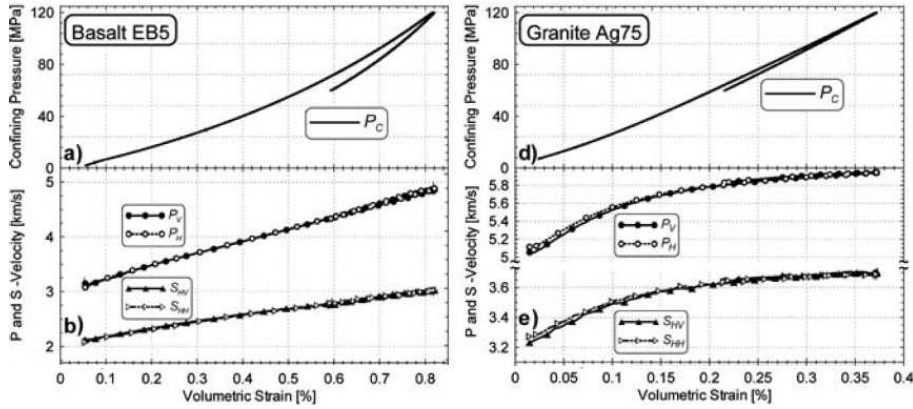


FIGURE 2.20 – Mesure de l’effet acousto-élastique dans le basalte et le granite soumis à une compression hydrostatique. Les lettres P (Première) et S (Seconde) se réfèrent respectivement aux ondes de compression et de cisaillement. Les indices V et H donne la direction de propagation et la polarisation verticale ou horizontale (par rapport à l’échantillon) des ondes [94].

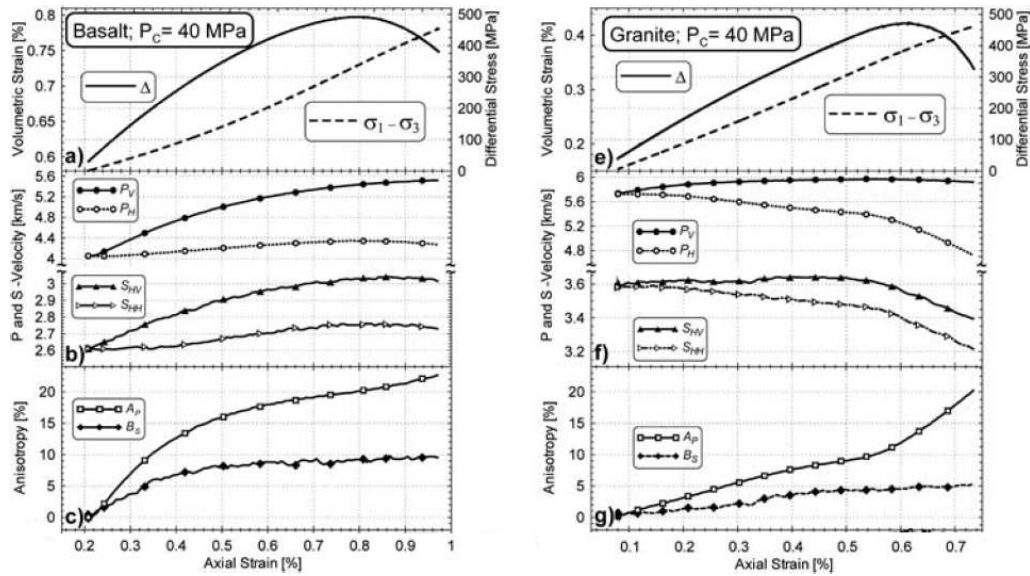


FIGURE 2.21 – Mesure de l’effet acousto-élastique dans le basalte et le granite soumis à une compression uniaxiale dans la direction verticale des échantillons, sous une pression de confinement de 40 MPa. L’anisotropie des vitesses des ondes de compression et de cisaillement est exprimée par les variables  $A_P$  et  $B_S$ . L’effet acousto-élastique est très différent pour les deux matériaux sur les vitesses des ondes de compression de direction de propagation perpendiculaire à l’axe de la compression  $P_H$  et des ondes de cisaillement  $S_{HH}$  et  $S_{HV}$ . Le granite contient principalement des fissures inter-granulaires alors que le basalte possède des fissures plus longues et fines [94].

orienté entre la direction du chargement et  $\pm 45^\circ$  de cette direction (figure 2.22). Une orientation privilégiée de l’endommagement (fissures) produit des chemins de propagation où les ondes acoustiques sont perturbées et d’autres chemins où les ondes sont très peu affectées. Cette anisotropie des effets induits par une orientation privilégiée du micro-endommagement est bien modélisée par les

théoriciens [96].

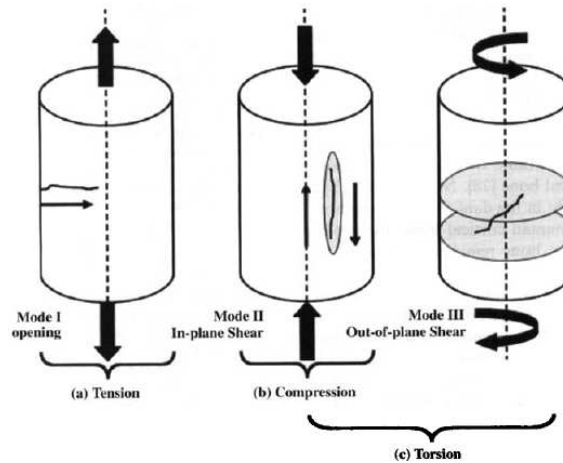


FIGURE 2.22 – L’orientation des fissures générées par un endommagement mécanique dépend du mode de chargement : (a) traction, (b) compression et (c) torsion [97].

Lors d’une fatigue en traction d’un échantillon d’aluminium, l’endommagement généré n’a pas été détecté par les ondes de compression se propageant dans une direction normale à celle du chargement ni par les ondes de cisaillement polarisées dans la direction perpendiculaire au chargement. En revanche, les effets acousto-élastiques mesurés sur les ondes de cisaillement polarisées dans la direction parallèle au chargement ont augmenté jusqu’à 4% [98]. Ceci peut s’expliquer par le fait que l’endommagement est créé dans des plans perpendiculaires à la direction de la traction, de fait il existe des chemins de propagation acoustique, dans la direction normale au chargement, non perturbés par l’endommagement.

De même, l’endommagement généré dans des échantillons de roches (siltstone) soumis à un fluage en compression d’amplitude croissante n’a pas provoqué de changement de la vitesse de propagation des ondes de compression dans la direction du chargement. En effet, dans ce cas, les fissures créées sont relativement parallèles à la direction de la compression : les chemins de propagation acoustique dans cette direction sont peu affectés par la présence des fissures. Néanmoins, une augmentation de l’atténuation des ondes ultrasonores a été enregistrée pendant l’accumulation progressive d’endommagement [99].

#### *Sensibilité au niveau d’endommagement*

Des méthodes utilisant les effets acousto-élastiques, non-destructives (où la contrainte statique appliquée ne dépasse pas la zone élastique du matériau), ont été proposées pour mesurer l’accumulation d’endommagement, partant du postulat que ces phénomènes acoustiques non-linéaires doivent augmenter lorsque le niveau d’endommagement augmente<sup>15</sup>. Les variations des paramètres non-linéaires

15. Dans certains métaux polycristallins, comme le cuivre après un recuit, les variations de vitesse et d’atténuation des ondes élastiques induites par une compression ou une traction uniaxiale sont causées par les mouvements et les ruptures de dislocations [56][100][101].

mesurées par l'effet acousto-élastique se révèlent le plus souvent beaucoup plus sensibles à l'augmentation du micro-endommagement que les variations des paramètres acoustiques linéaires <sup>16</sup>.

Dans le cas d'une roche magmatique endommagée par un choc thermique, les effets acousto-élastiques (variation absolue de la vitesse de propagation) sont accrus et la dépendance avec la contrainte uniaxiale a changé (apparition d'un point d'inflexion) (figure 2.16) [79]. La compression uniaxiale d'échantillons de granite diminue la vitesse de propagation et augmente l'atténuation des ondes de compression et de cisaillement se propageant dans des directions normales à celle du chargement [111]. De même dans le marbre, un essai acousto-élastique effectué pour des pressions hydrostatiques supérieures à 5 MPa, avant et après un endommagement mécanique par compression uniaxiale, montre une augmentation des paramètres non-linéaires  $\beta$  (lié à la pente moyenne de la courbe) et  $\delta$  (lié à la courbure) (équation 2.3) d'autant plus importante que la déformation résiduelle après endommagement mécanique est élevée, pour les vitesses de propagation des ondes de compression et de cisaillement (figures 2.23 et 2.24) [82].

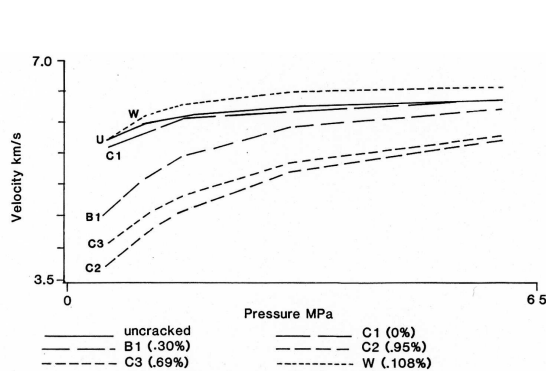


FIGURE 2.23 – Effet acousto-élastique par pression hydrostatique mesuré pour les ondes de compression dans des échantillons de marbre endommagés à différents niveaux. Entre parenthèse est indiquée la déformation résiduelle après endommagement. L'échantillon W a été taillé dans un bloc différent des autres échantillons [82].

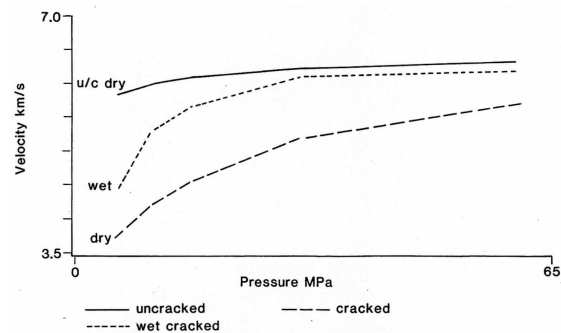


FIGURE 2.24 – Effet acousto-élastique par pression hydrostatique mesuré pour les ondes de compression dans le marbre à 3 états différents : sec avant l'endommagement mécanique (*u/c dry*), sec après une compression uniaxiale ayant produit une déformation résiduelle de 0.95% (*dry*), saturé en eau après l'endommagement mécanique (*wet*) [82].

Dans les composites à matrice métallique, la mesure des variations de la vitesse de propagation des ondes de compression, de cisaillement ou de surface (onde de Rayleigh par exemple), induites par effet acousto-élastique a été reportée comme une méthode prometteuse pour détecter l'accumulation d'endommagement créé par fatigue, avant la première fissuration macroscopique [112].

16. La mesure de la vitesse de propagation et plus particulièrement de l'atténuation ultrasonore permet aussi de détecter et de suivre l'accumulation d'endommagement [102]. L'atténuation ou la rétro-diffusion des ondes de surface (souvent ondes de Rayleigh), de compression ou de cisaillement, induite par les micro-fissures, augmente avec le niveau d'endommagement [103][104][105][106][107][108][109][110]



Dans les polymères chargés soumis à une traction uniaxiale, les variations de vitesse de propagation des ondes de compression dans une direction normale à celle du chargement ont été imputées à deux phénomènes. Ces variations sont d'abord dues aux effets acousto-élastiques classiques, aussi, pour des petites déformations, la vitesse de propagation augmente. Ensuite, lorsque la déformation atteint 6%, le démouillage et, par suite, la formation de vacuoles autour des charges diminue la vitesse de propagation [113].

L'endommagement créé par une traction uniaxiale sur des matériaux polymères et des composites renforcés par des fibres peut être évalué en mesurant les variations de vitesse de propagation d'ondes ultrasonores traversant l'échantillon, émises et reçues par des transducteurs focalisés dans l'air, c'est-à-dire sans contact avec l'échantillon [114][115].

### 2.1.3.2 Distorsion d'une onde monochromatique et génération d'harmoniques

La propagation d'une onde acoustique monochromatique dans un milieu endommagé (micro-fissuré) ou granulaire induit une distorsion de la forme d'onde temporelle se traduisant, dans le domaine fréquentiel, par une génération d'harmoniques, même à des amplitudes de déformation modérées. L'étude de ces comportements dans le domaine fréquentiel porte le nom de Spectroscopie d'Ondes Élastiques Non-linéaires, dite NEWS (« Nonlinear Elastic Wave Spectroscopy ») [44].

De fait, la distorsion d'une onde monochromatique dans un milieu fissuré ou granulaire génère des harmoniques d'amplitudes plus importantes que celles relevées dans les fluides et les solides homogènes et dépendantes, en général, du carré de l'amplitude à la fréquence fondamentale [1]. Ces observations expérimentales ne peuvent pas être modélisées par la théorie non-linéaire classique adaptée aux fluides et aux solides homogènes.

Par exemple, pendant le séchage du béton, la mesure des amplitudes des harmoniques 2 et 3 montre une augmentation importante de l'harmonique 3 à la fin du séchage, lorsque le béton devient un matériau à inhomogénéités mésoscopiques (une matrice rigide avec des inclusions molles) [116].

L'étude des harmoniques permet de remonter au calcul des coefficients de non-linéarité. Par exemple, le coefficient de non-linéarité quadratique, noté  $\beta$ , mesuré dans le grès Berea, est de l'ordre de  $10^4$  alors que dans les fluides et les solides homogènes il ne dépasse pas 15 [117]. De même, le coefficient de non-linéarité  $\beta$  mesuré dans les milieux granulaires non consolidés (billes de verre) dépasse  $10^3$  [118].

En outre, dans les matériaux où la vitesse de propagation des ondes de cisaillement transversales  $c_T$  est beaucoup plus faible que celle des ondes de compression longitudinales  $c_L$  (caoutchouc, gélatine, eau, argile), la présence d'une faible concentration de pores sphériques ou cylindriques de l'ordre de  $(c_T/c_L)^2$  augmente la non-linéarité acoustique du milieu par diffusion non-linéaire. En effet, une onde de compression dont la fréquence est choisie égale à la fréquence de résonance des pores provoque

une oscillation des pores. Cette oscillation devient non-linéaire à des amplitudes importantes. Ces cavités résonantes diffusent alors des harmoniques de la fréquence de l'onde incidente. Le paramètre de non-linéarité quadratique mesuré dans ces matériaux peut atteindre des valeurs de l'ordre de  $10^3$ , théoriquement de l'ordre de  $(c_L/c_T)^2$  [4][119].

Enfin, la mesure de la distorsion harmonique d'une onde monochromatique peut aussi être réalisée en faisant résonner un échantillon. Cette technique permet de générer des déformations plus importantes que celles créées par une onde acoustique propagative [44][80][53]. L'auto-démodulation non-linéaire de l'enveloppe d'une onde monofréquentielle propagative permet également de mesurer la non-linéarité acoustique d'un matériau [120][121].

#### *Sensibilité au niveau d'endommagement*

De manière générale, les effets non-linéaires acoustiques augmentent avec le niveau d'endommagement. De plus, la loi reliant les amplitudes des harmoniques à l'amplitude de la fréquence fondamentale, obtenue en augmentant le niveau d'excitation, varie selon le niveau d'endommagement. L'expérience montre aussi que l'harmonique 3 est souvent plus élevée que l'harmonique 2 dans les matériaux endommagés, alors que le contraire est observé dans un matériau solide non endommagé ou un fluide [46]. Ainsi, l'endommagement peut être détecté et quantifié par des changements quantitatifs et qualitatifs de la non-linéarité acoustique<sup>17</sup>. Un intérêt croissant est porté aux mesures des non-linéarités acoustiques car les variations des grandeurs non-linéaires sont généralement beaucoup sensibles à l'accumulation de l'endommagement que les grandeurs acoustiques linéaires (vitesse de propagation et atténuation) [46].

Du reste, des études expérimentales et théoriques ont mis en évidence l'importance de la rugosité du contact dans une fissure, ou plus généralement au niveau d'une interface entre deux pièces solides en contact, dans la non-linéarité mécanique induite [15][76][93][126][127]. Lorsqu'une onde monochromatique traverse une interface (2 blocks d'aluminium parallélépipédiques en contact), l'amplitude de l'harmonique 2 décroît de 3 ordres de grandeurs lorsque la pression exercée sur l'interface augmente. Lorsque l'interface est recouverte de glycérine, la forte non-linéarité acoustique pour de faibles pressions de contact diminue d'un ordre de grandeur [126][127].

Au cours d'un essai quasi-statique en traction au-delà de la limite élastique, d'un essai de fatigue traction/compression et d'un vieillissement thermique de pièces en acier, l'accumulation d'endommagement se manifeste par la distorsion harmonique d'une onde mono-fréquentielle propagative [128].

---

17. Des méthodes récentes en développement couplant l'utilisation du renversement temporel avec la génération d'harmonique ou l'interaction d'ondes permettent de détecter une fissure. Notamment, il est possible de retourner temporellement la réponse non-linéaire du matériau fissuré (après filtrage de la composante fréquentielle fondamentale) afin de rétrofocaliser sur la(les) source(s) de non-linéarités (fissures par exemple) [122][123][124][14][125].

L'amplitude de l'harmonique 2 augmente au cours de l'endommagement, alors que l'atténuation et la vitesse de propagation ne montrent pas de variations significatives.

L'utilisation des ondes de surface a permis de mesurer l'amplitude de l'harmonique 2 pendant un essai de fatigue en flexion alternée sur un échantillon d'aluminium [129]. L'amplitude de l'harmonique 2 augmente avec le nombre de cycles de fatigue. D'autre part, une asymétrie entre les phases de compression et de traction (imposées par la flexion alternée) est observée sur l'amplitude de l'harmonique 2 (figure 2.25). Elle est plus élevée en compression car les micro-fissures créées, partiellement ouvertes lorsque la contrainte est nulle, sont progressivement fermées lorsque la contrainte compressive augmente. Les aspérités des surfaces internes des fissures sont alors mises en contact et génèrent des non-linéarités acoustiques. En outre, l'atténuation ultrasonore augmente avec la contrainte dans les phases de traction, sous l'effet de l'ouverture des micro-fissures. Ces effets dissipatifs augmentent également avec le nombre de cycles de fatigue (figure 2.25). La loi de puissance reliant l'amplitude de l'harmonique 2 à l'amplitude à la fréquence fondamentale est également affectée par l'ouverture et la fermeture des fissures. En effet, en traction, l'amplitude de l'harmonique 2 est proportionnelle au carré de l'amplitude à la fréquence fondamentale. En compression, lorsque l'amplitude de l'onde fondamentale est augmentée, la puissance de la loi augmente de 1.5 à 3.5, dans la gamme d'amplitude employée dans cette étude.

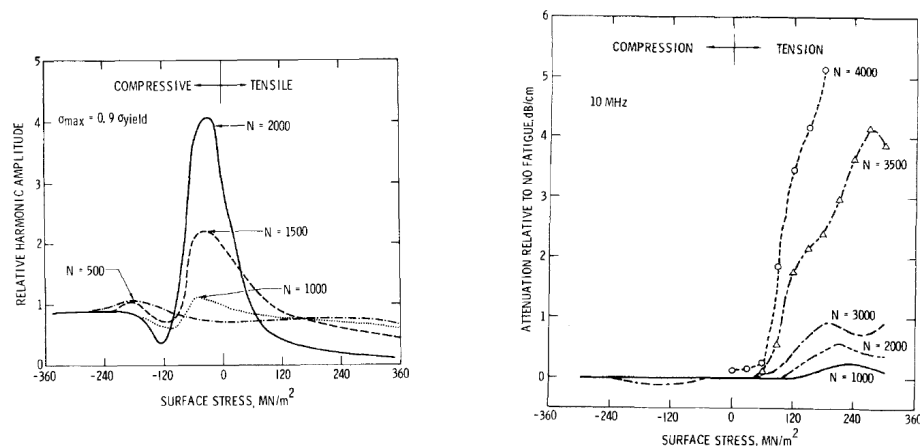


FIGURE 2.25 – Amplitude (à gauche) et atténuation (à droite) de l'harmonique 2 générée par les micro-fissures créées par un test de fatigue en flexion d'une plaque d'aluminium. L'étude utilise des ondes de surface. Une asymétrie est observée pour l'amplitude et l'atténuation entre les phases de compression et de traction. N est le nombre de cycles endurés [129].

Une mesure NRUS sur une plaque d'ardoise endommagée progressivement par dix impacts au marteau montre une augmentation du paramètre non-linéaire  $\alpha$ , lié au décalage de la fréquence de résonance, et une augmentation du niveau de l'harmonique 3 (figure 2.26) [44]. Cependant, le niveau de l'harmonique 2 n'augmente pas significativement au cours de l'endommagement, bien que la loi de

puissance reliant l'amplitude de l'harmonique 2 à l'amplitude à la fréquence fondamentale augmente légèrement (figure 2.26).

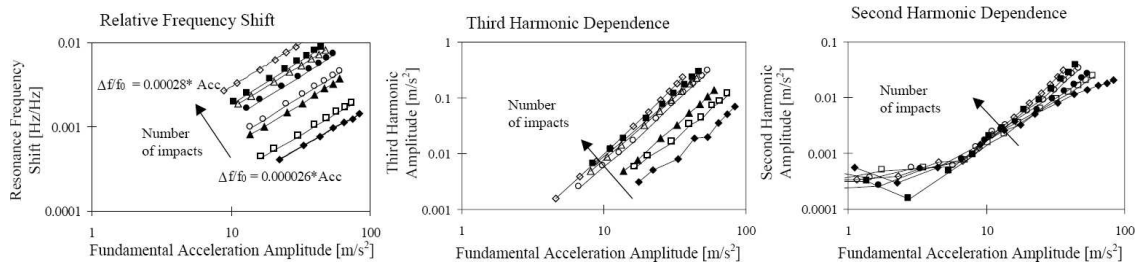


FIGURE 2.26 – Décalage de la fréquence de résonance (à gauche), amplitude de l'harmonique 3 (au centre) et amplitude de l'harmonique 2 (à droite) mesurés par un essai NRUS sur une plaque d'ardoise progressivement endommagée par 10 impacts au marteau [44].

Très peu d'études ont mesuré la relation entre la taille d'une fissure et l'amplitude des harmoniques générées. Il en ressort néanmoins que, lorsque la taille de la fissure augmente, la non-linéarité acoustique du milieu (mesurée par l'amplitude des harmoniques 2 et 3 ou par intermodulation entre deux ondes de fréquences éloignées) augmente [130][131].

### 2.1.3.3 Interaction d'ondes acoustiques

Dans un milieu présentant une équation d'état non-linéaire, lorsque deux ondes acoustiques se rencontrent, elles interagissent l'une sur l'autre de façons diverses. L'analyse de ces phénomènes peut être faite dans le domaine fréquentiel ou dans le domaine temporel.

En effet, l'émission de deux ondes acoustiques monochromatiques de fréquences différentes proches donne lieu, par interaction non-linéaire, aux ondes acoustiques basse-fréquence et haute-fréquence aux fréquences différence et somme. De même, si les fréquences des deux ondes acoustiques monochromatiques primaires sont éloignées, on observe une modulation de la phase de l'onde primaire de plus haute fréquence à la fréquence primaire basse [1][8][132]. Lorsque l'analyse est réalisée dans le domaine fréquentiel, on parle de Spectroscopie de Modulation d'Ondes Non-linéaire, dite NWMS (« Nonlinear Wave Modulation Spectroscopy ») [133]. En outre, l'intermodulation entre deux ondes de fréquences éloignées peut être réalisée avec une onde basse-fréquence harmonique ou un impact [46][133]. Cette modalité est d'un grand intérêt pratique, car elle permet une caractérisation globale de la non-linéarité acoustique de l'échantillon testé grâce à une instrumentation relativement réduite. D'autre part, la modulation d'amplitude d'une onde acoustique de forte amplitude peut également être transférée à une autre onde acoustique de faible amplitude dans un milieu fissuré, on parle alors d'effet Luxembourg-Gorky [134][135][136].

### Sensibilité au niveau d'endommagement

Dans l'exemple d'une pièce de PMMA (polyméthacrylate de méthyle) fissurée, le paramètre non-linéaire quadratique  $\beta$ , mesuré par l'intermodulation entre deux ondes de fréquences éloignées, vaut 100 fois celui d'un échantillon non fissuré [133].

D'autre part, l'endommagement progressif (micro-fissuration) par la réaction alcalis-silice d'un mortier montre une augmentation des non-linéarités acoustiques mesurées par l'interaction entre une onde ultrasonore harmonique et un impact généré par un marteau (figure 2.27 et 2.28) [137].

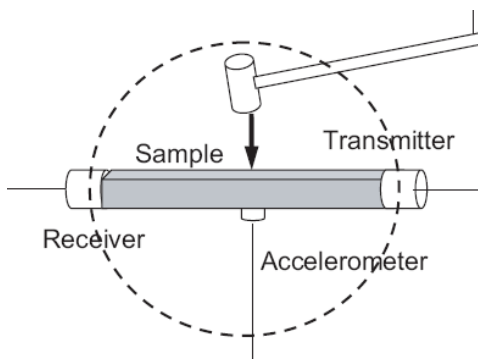


FIGURE 2.27 – Dispositif de mesure des non-linéarités acoustiques par interaction entre une onde ultrasonore harmonique et un impact créé par un marteau [137].

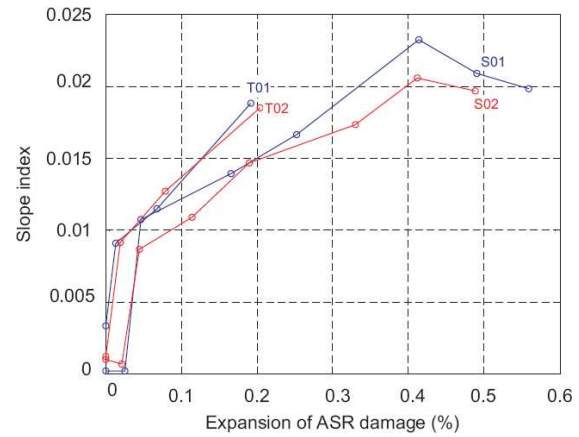


FIGURE 2.28 – Augmentation de la non-linéarité acoustique mesurée dans le mortier progressivement endommagé par la réaction alcalis-silice [137].

Les méthodes d'interaction d'ondes acoustiques ont également été appliquées avec succès dans les matériaux composites renforcés par fibres [46], dans les polymères [136] et dans les roches [1][138].

En outre, la question de la relation entre les non-linéarités mesurées par différentes méthodes expérimentales peut se poser. L'étude d'un matériau endommagé par plusieurs méthodes acoustiques non-linéaires est fastidieuse, peu sont reportées dans la littérature [46]. Par exemple, les non-linéarités mesurées par la méthode NWMS et la méthode NRUS ont montré une excellente corrélation linéaire pour des ardoises en fibro-ciment [46].

#### 2.1.3.4 Cas des matériaux à forte porosité connectée

La résistivité  $r$  à l'écoulement d'un milieu très poreux augmente avec l'amplitude de la vitesse particulaire acoustique  $v_{ac}$  lorsque celle-ci dépasse un certain seuil. Elle est de la forme  $r = r_1 + r_2 v_{ac} \text{sign}(v_{ac})$ . Ce phénomène déforme une onde monofréquentielle et génère des harmoniques. Comme pour les matériaux présentant des NLNC, les amplitudes des harmoniques impaires sont anormalement élevées (figure 2.29).

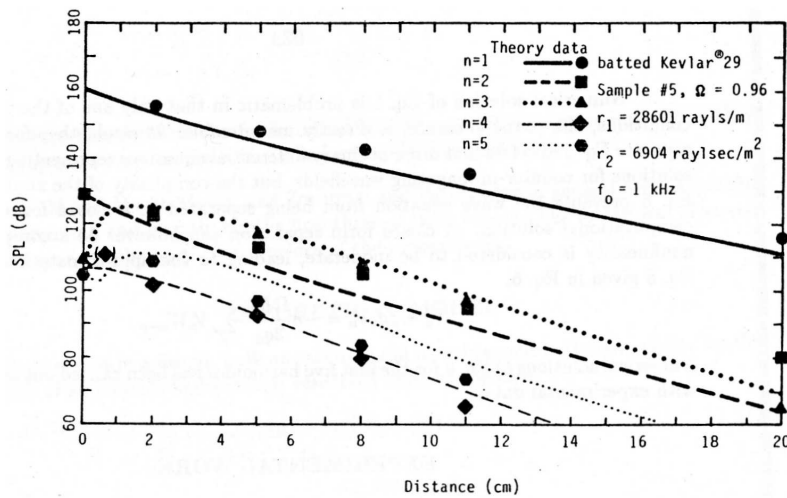


FIGURE 2.29 – Amplitude des 5 premières harmoniques au cours de la propagation dans un milieu poreux (ici du Kevlar de porosité 96% saturé d'air). Ici la vitesse acoustique incidente vaut environ 5 m/s [139].

Pour le Kevlar saturé d'air de porosité entre 92 et 98% et un diamètre de fibre de  $12\mu\text{m}$ , il faut dépasser une vitesse particulaire acoustique de 1 m/s pour observer ce phénomène [140]. Cependant, pour une mousse plastique saturée d'air de porosité égale à 97% et un diamètre de fibre de  $75\mu\text{m}$ , la résistivité à l'écoulement augmente au-delà de 0.1m/s [140]. Il n'existe pas à notre connaissance de mesures comparables où l'eau est le fluide saturant. Si l'amplitude de la pression acoustique vaut 1 bar dans l'eau, la vitesse particulaire est de l'ordre de 0.1m/s. Dans l'os trabéculaire, ce phénomène pourrait donc jouer un rôle dans la propagation d'ondes acoustiques.

## 2.2 État de l'art des études portant sur la mesure des non-linéarités élastiques et dissipatives dans le tissu osseux

Comme il a été évoqué dans le premier chapitre, le tissu osseux contient des micro-fissures. Ce micro-endommagement pourrait générer des non-linéarités mécaniques et acoustiques importantes. De fait, certaines des méthodes expérimentales décrites précédemment dans ce chapitre ont été récemment appliquées à l'os. Néanmoins ces études restent peu nombreuses.

### 2.2.1 Essai mécanique quasi-statique

A notre connaissance, une seule étude reporte la mesure de non-linéarité de la relation contrainte-déformation pour des déformations inférieures à 0.4% dans l'os trabéculaire [141]. Cette étude a été réalisée sur différents sites osseux humains et bovins. Le paramètre de non-linéarité quadratique  $\beta$  mesuré entre 0 et 0.2% vaut entre 15 et 65.  $\beta$  est significativement plus élevé en traction qu'en compression. Le paramètre  $\beta$  obtenu pour les roches à partir d'essais quasi-statiques en compression



peut atteindre des valeurs de l'ordre de  $10^3$  [142]. En outre, comme pour les roches [28], la non-linéarité de la relation contrainte-déformation est influencée par la vitesse de déformation. La non-linéarité diminue lorsque la vitesse de déformation augmente [141].

### 2.2.2 Méthode par résonance NRUS

L'étude des phénomènes de résonance acoustique non-linéaire a permis de mesurer le paramètre de non-linéarité  $\alpha$ , relié à la diminution de la fréquence de résonance lorsque l'amplitude de l'excitation augmente, pour des échantillons d'os cortical fémoral provenant de donneurs d'âges différents et pour différents niveaux d'endommagement induits *in vitro* par fatigue mécanique en compression [143][144][145][146]. Le paramètre  $\alpha$  augmente nettement pendant l'endommagement progressivement induit, alors que la vitesse de propagation ultrasonore ne montre pas de variations significatives. D'autre part, la représentation de  $\alpha$  en fonction de l'âge du donneur est une relation de type exponentiel avec une augmentation de la dispersion des valeurs lorsque l'âge augmente (figure 2.30). Cette relation est similaire à celle reportée entre la densité de micro-fissures et l'âge (voir Chapitre 1).

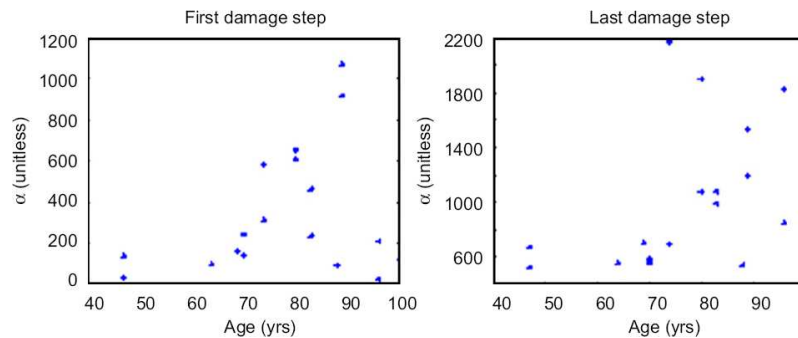


FIGURE 2.30 – Mesure du paramètre non-linéaire  $\alpha$  par la méthode NRUS dans l'os cortical du fémur humain en fonction de l'âge du donneur. Avant l'endommagement mécanique par fatigue (à gauche) et après le dernier stade d'endommagement [145].

### 2.2.3 Génération d'harmoniques

La première mesure *in vivo* de la non-linéarité acoustique osseuse a été menée dans l'os trabéculaire du talon en mesurant l'amplitude de l'harmonique 2 générée par une onde ultrasonore monofréquentielle en transmission transverse [147][148]. Les os des deux patients atteints d'ostéopénie ont montré des amplitudes de l'harmonique 2 environ 10 dB supérieures aux amplitudes mesurées chez les cinq sujets sains. La mesure de non-linéarité acoustique est donc capable de détecter *in vivo*, dans l'os du talon, une ostéoporose légère définie et diagnostiquée aujourd'hui par la mesure aux rayons X de la densité apparente osseuse.

En outre, nous avons étudié la propagation d'une onde monochromatique à 400 kHz à travers une tranche d'os trabéculaire humain du talon saturée d'eau [149] (voir annexe). L'amplitude de l'harmonique triple mesurée après la propagation dans l'os est plus élevée que celle de l'harmonique double (figure 2.31), à l'instar des résultats mesurés dans les matériaux endommagés [44]. Au contraire, lorsque la propagation se passe uniquement dans l'eau, l'amplitude de l'harmonique 2 est supérieure à celle de l'harmonique 3. D'autre part, les lois de puissance entre les amplitudes des harmoniques et l'amplitude à la fréquence fondamentale mesurées dans l'eau sont proches des résultats théoriques classiques, à savoir une loi en puissance 2 pour l'harmonique 2, une loi en puissance 3 pour l'harmonique 3, etc... En revanche, après la propagation à travers l'échantillon d'os, la loi de puissance pour l'harmonique 3 est proche de 2 et la loi de puissance pour l'harmonique 2 est proche de 3, comme observé dans certains matériaux endommagés (figure 2.26) [46].

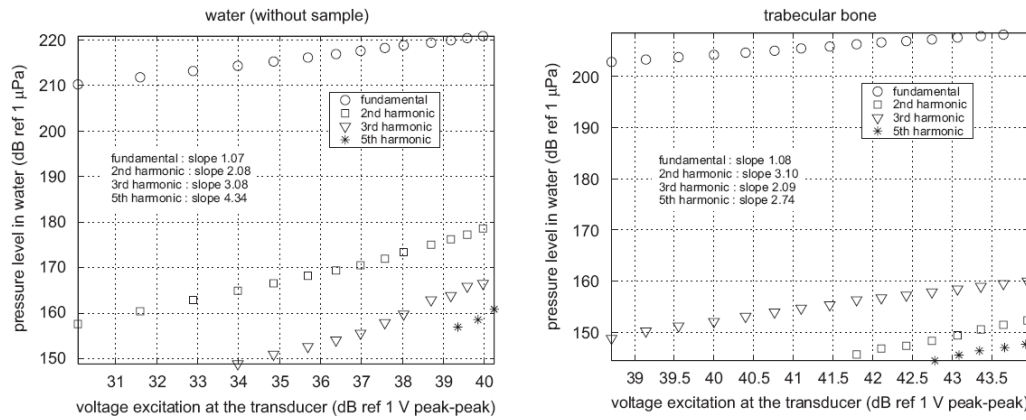


FIGURE 2.31 – Amplitudes du fondamental et des harmoniques 2, 3 et 5 mesurées dans l'eau pour différents niveaux d'excitation : à gauche, après 45 mm de propagation dans l'eau; à droite, après 45 mm de propagation dont 24 mm à travers une tranche d'os trabéculaire humain saturée d'eau [149].

## 2.2.4 Interactions non-linéaires entre deux ondes acoustiques

Une extra-atténuation non-linéaire induite par une onde basse-fréquence puissante sur une onde haute-fréquence de faible amplitude a été observée dans une section d'os cortical [144]. Cet effet est attribué à la présence de micro-fissures dans le tissu osseux. La méthode d'intermodulation entre une onde ultrasonore et un impact a également été testée sur l'os cortical. L'endommagement induit progressivement par un essai de fatigue augmente l'amplitude des raies latérales primaires et secondaires autour de la fréquence ultrasonore [150].

Néanmoins la première mesure de non-linéarité acoustique dans l'os fut réalisée dans l'os trabéculaire bovin frais en mesurant, d'une part, l'amplitude de l'onde basse-fréquence générée par démodulation non-linéaire d'une onde ultrasonore modulée en amplitude, et d'autre part, la modula-

tion d'une onde ultrasonore par une excitation basse-fréquence directement appliquée sur l'os [151]. Le paramètre de non-linéarité quadratique  $\beta$ , défini à partir du développement en série de la loi de comportement, mesuré dans cette première étude vaut entre 80 et 120.

D'autre part, l'émission simultanée de deux ondes ultrasonores focalisées dans une tranche d'os trabéculaire humain du talon a également été réalisée [152][153]. L'onde basse-fréquence de fréquence différence diffusée par l'os est mesurée mais la mesure de paramètres non-linéaires n'a pas été possible (figures 2.32 et 2.33).



FIGURE 2.32 – Architecture osseuse du pied (image par radiographie en rayons X). Au centre, l'os du talon ou calcaneum [154].

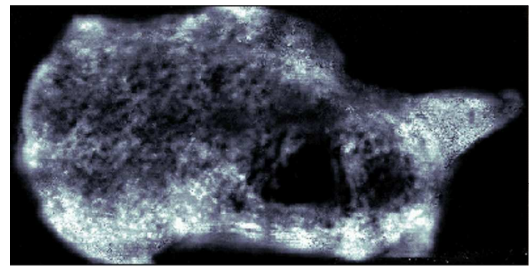


FIGURE 2.33 – Image de l'amplitude de l'onde paramétrique du plan médian d'une tranche de calcaneum de 1,5 cm d'épaisseur [152].

En effet, la focalisation forte des ultrasons dans un faisceau de 5 mm de diamètre permet une imagerie fine mais il n'a pas été possible de distinguer les effets dus à la force de radiation, à la non-linéarité élastique de l'os et à des effets de résonance de l'échantillon.

### 2.2.5 Conclusion

Le micro-endommagement est une source incontestable de non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives. De nombreuses méthodes expérimentales ont été testées pour mesurer les non-linéarités acoustiques et, par suite, évaluer le niveau d'endommagement d'un matériau.

Certaines de ces méthodes ont déjà été appliquées à l'os. Ces études renseignent sur l'importance et le type de non-linéarités acoustiques montrées par le tissu osseux. Des effets non-linéaires élastiques hystérétiques et dissipatifs ont pu être mesurés, par conséquent ces non-linéarités acoustiques sont non-classiques. Le paramètre non-linéaire quadratique  $\beta$  mesuré par différentes techniques est de l'ordre de 100, soit un ordre de grandeur au dessus des valeurs mesurées dans les solides homogènes et les fluides. Le paramètre non-linéaire hystérétique  $\alpha$  peut atteindre  $10^3$  dans l'os cortical fémoral humain pour des donneurs âgés de 90 ans (figure 2.30), cette valeur est comprise dans l'intervalle de valeurs  $10^2$ - $10^4$  obtenues dans les matériaux endommagés et granulaires. Les valeurs de ces deux paramètres non-linéaires acoustiques mesurés dans l'os sont donc bien supérieures à celles mesurés dans les matériaux solides homogènes non endommagés.

Certaines méthodes expérimentales sont néanmoins mal adaptées à une application *in vivo*. Si la mise en résonance mécanique à faible déformation d'un os est envisageable dans le cas *in vivo*, la mesure du paramètre  $\alpha$  par la méthode NRUS nécessite la mesure de la vitesse de vibration particulière en un point de la surface de l'échantillon par interférométrie laser [143]. La mesure non-invasive de l'amplitude de la déformation ou de la vitesse particulière ne peut se faire par interférométrie laser dans le cas *in vivo*, mais pourrait être réalisée par la mesure acoustique du déplacement de la surface externe d'un os, à l'instar de l'élastographie ultrasonore [155][156]. Ces méthodes peuvent mesurer des déplacements de l'ordre du micromètre [157]. En outre, la méthode NRUS permet une caractérisation globale, non-localisée, de la non-linéarité acoustique d'un os.

D'autre part, la génération d'harmoniques nécessite d'émettre des trains d'ondes ultrasonores durant environ 100  $\mu$ s et d'amplitude de pression relativement élevée (de l'ordre de 1MPa), compte tenu de la forte atténuation ultrasonore dans l'os trabéculaire pour des fréquences supérieures à 500 kHz. Ce type d'excitation acoustique est à la limite des normes stipulées pour empêcher l'échauffement du tissu et la cavitation (voir Chapitre 4).

C'est pourquoi nous nous sommes tournés vers une méthode de couplage d'une onde acoustique basse-fréquence et d'impulsions ultrasonores permettant une mesure localisée et sans contact des non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives, tout en employant des amplitudes et des durées d'excitation acoustique inférieures aux normes. Cette technique est décrite dans le Chapitre 3.

## Bibliographie

- [1] L. Ostrovsky and P.A. Johnson. Dynamic nonlinear elasticity in geomaterials. *Rivista del Nuovo Cimento*, 24 :1–46, 2001.
- [2] R. Haj-Ali and H. Kilic. Nonlinear behavior of pultruded frp composites. *Composites : Part B*, 33 :173–191, 2002.
- [3] R.A. Guyer and P.A. Johnson. Nonlinear mesoscopic elasticity : evidence for a new class of materials. *Physics Today*, 52 :30–35, 1999.
- [4] L.A. Ostrovsky. Wave processes in media with strong acoustic nonlinearity. *J. Acoust. Soc. Am.*, 90(6) :3332–3337, 1991.
- [5] V.E. Nazarov, L.A. Ostrovsky, A. Soustova, and A .M. Sutin. Nonlinear acoustics of microinhomogeneous media. *Phys. Earth Planet. Inter.*, 50 :60–73, 1988.
- [6] L.D. Landau and E.M. Lifshitz. *Theory of Elasticity, Third Edition (Theoretical Physics, Vol 7)*. Butterworth-Heinemann, 1986.
- [7] M.F. Hamilton and D.T. Blackstock. On the coefficient of nonlinearity  $\beta$  in nonlinear acoustics. *J. Acoust. Soc. Am.*, 83(1) :74–77, 1988.
- [8] M.F. Hamilton and D.T. Blackstock. *Nonlinear Acoustics*. Academic Press, 1998.
- [9] K.E.-A. Van Den Abeele and P.A. Johnson. Elastic pulsed wave propagation in media with second- or higher-order nonlinearity. part ii. simulation of experimental measurements on berea sandstone. *J. Acoust. Soc. Am.*, 99(6) :3346–3352, 1996.

- 
- [10] R.M. DiAngelo, K.W. Winkler, T.J. Plona, B.J. Landsberger, and D.L. Johnson. Test of hyperelasticity in highly nonlinear solids : Sedimentary rocks. *Phys Rev Lett.*, 93(21) :214301,1–4, 2004.
  - [11] R.A. Guyer, K.R. McCall, and G.N. Boitnott. Hysteresis, discrete memory and nonlinear wave propagation in rock : a new paradigm. *Phys Rev Lett*, 74 :3491–3494, 1995.
  - [12] V. Gusev and V. Aleshin. Strain wave evolution equation for nonlinear propagation in materials with mesoscopic mechanical elements. *J. Acoust. Soc. Am.*, 112(6) :2666–2679, 2002.
  - [13] M. Scalerandi, M. Nobili, M. Griffo, A.S. Gliozzi, and F. Bosia. Preisach-mayergoyz approach to fatigue-induced irreversibility. *Physical Review B*, 73(1), 2006.
  - [14] M. Scalerandi, V. Agostini, P.P. Delsanto, K. Van Den Abeele, and P.A. Johnson. Local interaction simulation approach to modelling nonclassical, nonlinear elastic behavior in solids. *J. Acoust. Soc. Am.*, 113(6) :3049–3059, 2003.
  - [15] V. Aleshin and K. Van Den Abeele. Microcontact-based theory for acoustics in microdamaged materials. *J. Mech. Phys. Solids*, 55(2) :366–390, 2007.
  - [16] V. Aleshin and K. Van Den Abeele. Friction in unconforming grain contacts as a mechanism for tensorial stress-strain hysteresis. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 55 :765–787, 2007.
  - [17] T. Bourbié, O. Coussy, and B. Zinszner. *Acoustique des milieux poreux*. 1986.
  - [18] P. Johnson and A. Sutin. Slow dynamics and anomalous nonlinear fast dynamics in diverse solids. *J. Acoust. Soc. Am.*, 117(1) :124–130, 2005.
  - [19] K.R. McCall and R.A. Guyer. Equation of state and wave propagation in hysteretic nonlinear elastic materials. *J. Geophys. Res.*, 99(12) :23,887–23,897, 1994.
  - [20] V. Zaitsev and P. Sas. Dissipation in microinhomogeneous solids : Inherent amplitude-dependent losses of a non-hysteretic and non-frictional type. *Acta Acustica united with Acustica*, 86(3) :429–445, 2000.
  - [21] V. Zaitsev, V. Gusev, and B. Castagnède. Thermoelastic mechanism for logarithmic slow dynamics and memory in elasticwave interactions with individual cracks. *Phys Rev Lett.*, 90(7) :075501,1–4, 2003.
  - [22] L. Fillinger, V. Zaitsev, V. Gusev, and B. Castagnède. Nonlinear relaxational absorption/transparency for acoustic waves due to thermoelastic effect. *Acta Acustica united with Acustica*, 92 :24–34, 2006.
  - [23] V.E. Gusev, W. Lauriks, and J. Thoen. Dispersion of nonlinearity, nonlinear dispersion, and absorption of sound in micro-inhomogeneous materials. *J. Acoust. Soc. Am.*, 103 (6) :3216–3226, 1998.
  - [24] V. Gusev and V. Tournat. Amplitude- and frequency-dependent nonlinearities in the presence of thermally-induced transitions in the preisach model of acoustic hysteresis. *PHYSICAL REVIEW B*, 72 :054104,1–19, 2005.
  - [25] J.A. TenCate, E. Smith, and R.A. Guyer. Universal slow dynamics in granular solids. *Phys Rev Lett.*, 85(5) :1020–1023, 2000.
  - [26] D.J. Holcomb. Discrete memory in rock : A review. *J. Rheology*, 28(6) :725–758, 1984.
  - [27] R.A. Guyer, K.R. McCall, G.N. Boitnott, L.B. Hilbert, and T.J. Plona. Quantitative implementation of preisach-mayergoyz space to find static and dynamic elastic moduli in rock. *J Geophys Res.*, 102(B3) :5281–5293, 1997.
  - [28] K.E. Claytor, J.R. Koby, and J.A. TenCate. End point memory, relaxation, and congruence revisited. *Geophys. Rev. Lett.*, in press.
  - [29] V. Lyakhovsky, Reches Z., R. Weinberger, and T.E. Scott. Non-linear elastic behavior of damaged rocks. *Geophys. J. Int.*, 130 :157–166, 1997.

- [30] R.M. Jones. Stress-strain relations for materials with different moduli in tension and compression. *AIAA Journal*, 15(1) :16–23, 1977.
- [31] T.J. Ulrich and T.W. Darling. Observation of anomalous elastic behavior in rock at low temperatures. *Geophys. Res. Lett.*, 28(11) :2293–2296, 2001.
- [32] P.A. Johnson, B. Zinszner, and P. Rasolofosaon. Resonance and elastic nonlinear phenomena in rock. *J Geophys. Res.*, 101(B5) :11,553–564, 1996.
- [33] P.A. Johnson, P. Zinszner, B. Rasolofosaon, F. Cohen-Tenoudji, and K. Van Den Abeele. Dynamic measurements of the nonlinear elastic parameter  $\alpha$  in rock under varying conditions. *J. Geophys. Res.*, 109 :B02202, 2004.
- [34] K.R. McCall and R. Guyer. A new theoretical paradigm to describe hysteresis, discrete memory and nonlinear elastic wave propagation in rock. *Nonlinear Processes in Geophysics*, 3 :89–101, 1996.
- [35] J.J. Stoker. *Nonlinear vibrations in mechanical and electrical systems*. Interscience, 1950.
- [36] D. Pasqualini, K. Heitmann, J.A. TenCate, S. Habib, D. Higdon, and P.A. Johnson. Nonequilibrium and nonlinear dynamics in berea and fontainebleau sandstones : Low-strain regime. *J. Geophys. Res.*, 112, B01204 :1–16, 2007.
- [37] V.E. Nazarov, A.V. Radostin, and I.A. Soustova. Effect of an intense sound wave on the acoustic properties of a sandstone bar resonator. experiment. *Acoustical Physics*, 48(1) :76–80, 2002.
- [38] T.A. Read. The internal friction of single metal crystals. *Phys. Rev.*, 58 :371–380, 1940.
- [39] C. Insera. *Caractérisation de la compaction granulaire par des méthodes acoustiques linéaires et non-linéaires*. PhD thesis, Laboratoire d’Acoustique de l’Université du Maine, Le Mans, 2007.
- [40] J.A. Ten Cate and T.J.. Shankland. Slow dynamics in the nonlinear elastic response of berea sandstone. *Geophys. Res. Lett.*, 23 :3019–3022, 1996.
- [41] P.A. Johnson and X. Jia. Nonlinear dynamics, granular media and dynamic earthquake triggering. *Nature Letters*, 437(6) :871–874, 2005.
- [42] P.A. Johnson. *Nonequilibrium Nonlinear-Dynamics in solids : State of the Art*, chapter 4, pages 49–70. Delsanto, 2006.
- [43] K. Van Den Abeele and J. De Visscher. Damage assessment in reinforced concrete using spectral and temporal nonlinear vibration techniques. *Cement and Concrete Research*, 30 :1453–1464, 2000.
- [44] K. E.-A. Van Den Abeele, J. Carmeliet, J. Ten Cate, and P. Johnson. Nonlinear elastic wave spectroscopy (news) techniques to discern material damage, part ii : Single-mode nonlinear resonance acoustic spectroscopy. *Research in Nondestructive Evaluation*, 12(1) :31–42, 2000.
- [45] K. Van Den Abeele and J. J. Carmeliet. Inferring the degradation of pultruded composites from dynamic nonlinear resonance measurements. *POLYMER COMPOSITES*, 22(4) :555–567, 2001.
- [46] K. E.-A. Van Den Abeele, A. Sutin, J. Carmeliet, and P.A. Johnson. Micro-damage diagnostics using nonlinear elastic wave spectroscopy (news). *NDT & E International*, 34(4) :239–248, 2001.
- [47] C. Payan, V. Garnier, J. Moysan, and P.A. Johnson. Applying nonlinear resonant ultrasound spectroscopy to improving thermal damage assessment in concrete. *J. Acoust. Soc. Am.*, 121(4) :EL125–130, 2007.
- [48] M. Bentahar, H. El Agra, R. El Guerjouma, M. Griffa, and M. Scalerandi. Hysteretic elasticity in damaged concrete : Quantitative analysis of slow and fast dynamics. *PHYSICAL REVIEW B*, 73 :014116, 1–10, 2006.
- [49] K. E.-A. Van Den Abeele, B. Van Damme, P.Y. Le Bas, and T. Katkowski. Nonlinear reverberation spectroscopy on thermally loaded and fatigued carbon fiber reinforced plastics (cfrp). *résultats non publiés*, 2006.



- 
- [50] K. E.-A. Van Den Abeele, J. Carmeliet, P. A. Johnson, and B. Zinszner. Influence of water saturation on the nonlinear elastic mesoscopic response in earth materials and the implications to the mechanism of nonlinearity. *JOURNAL OF GEOPHYSICAL RESEARCH, VOL.*, 107, B6 :2121, 2002.
  - [51] K.E-A Van Den Abeele, P.A. Johnson, R.A. Guyer, and K.R. McCall. On the quasi-analytic treatment of hysteretic nonlinear response in elastic wave propagation. *J. Acoust. Soc. Am.*, 101 :1885–1898, 1997.
  - [52] S. Vanaverbeke and K. Van Den Abeele. Two-dimensional modeling of wave propagation in materials with hysteretic nonlinearity. *J. Acoust. Soc. Am.*, 122(1) :58–72, 2007.
  - [53] V.E. Nazarov and A.B. Kolpakov. Experimental investigations of nonlinear acoustic phenomena in polycrystalline zinc. *J. Acoust. Soc. Am.*, 107(4) :1915–1921, 2000.
  - [54] C.-S. Man and W.Y. Lu. Towards an acoustoelastic theory for measurement of residual stress. *Journal of Elasticity*, 17(2) :159–182, 1987.
  - [55] K.Y. Kim and W. Sachse. The theory of thermodynamic-acoustoelastic stress gauge. *J. Appl. Phys.*, 80(9) :4934–4943, 1996.
  - [56] H. OGI, N. SUZUKI, and M. HIRAO. Noncontact ultrasonic spectroscopy on deforming polycrystalline copper : Dislocation damping and acoustoelasticity. *METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A*, 29A :2987–2993, 1998.
  - [57] M. Hasegawa and Y. Sasaki. Acoustoelastic birefringence effect in wood i : effect of applied stresses on the velocities of ultrasonic shear waves propagating transversely to the stress direction. *J Wood Sci.*, 50 :47–52, 2004.
  - [58] T. Berruti, M.M. Gola, and G.A.D. Briggs. Acoustoelastic measurements on aluminium alloy by means of a contact and a non-contact (lfb acoustic microscopy) technique. *J. Acoust. Soc. Am.*, 103(3) :1370–1376, 1998.
  - [59] D.M. Egle and D.E. Bray. Measurement of acoustoelastic and third-order elastic constants for rail steel. *J. Acoust. Soc. Am.*, 60(3) :741–744, 1976.
  - [60] Y. Hiki and A.V. Granato. Anharmonicity in noble metals, higher order elastic constants. *Physical Review*, 144(2) :411–419, 1966.
  - [61] K. Salama and G.A. Alers. Third-order elastic constants of copper at low temperature. *Physical Review*, 161(3) :673–680, 1967.
  - [62] R. T. Smith and R.W. Stern, R. Stephens. Third-order elastic moduli of polycrystalline metals from ultrasonic velocity measurements. *J. Acoust. Soc. Am.*, 40(5) :1002–1008, 1966.
  - [63] M. Kato, T. Sato, and K. Ando. Determination of the higher-order elastic compliance constants of metals from measurements of the dependence of ultrasound velocity on stress. *J. Acoust. Soc. Am.*, 101(4) :2111–2121, 1997.
  - [64] D.S. Hughes and J.L. Kelly. Second-order elastic deformation of solids. *Phys. Rev.*, 92(5) :1145–1149, 1953.
  - [65] A.B. Coppens, R.T. Beyer, M.B. Seiden, J. Donohue, F. Guepin, R.H. Hodson, and C. Townsend. Parameter of nonlinearity in fluids. ii. *J. Acoust. Soc. Am.*, 38 :797–804, 1965.
  - [66] R.T. Beyer. Parameter of nonlinearity in fluids. *J. Acoust. Soc. Am.*, 32(6) :719–721, 1960.
  - [67] G.A. Gist. Fluid effects on velocity and attenuation in sandstones. *J. Acoust. Soc. Am.*, 96 :1158–1173, 1994.
  - [68] P.A. Johnson and P.N.J. Rasolofosaon. Manifestation of nonlinear elasticity in rock : convincing evidence over large frequency and strain intervals from laboratory studies. *Nonlinear Processes in Geophysics*, 3 :77–88, 1996.
  - [69] S. Biwa, A. Suzuki, and N. Ohno. Evaluation of interface wave velocity, reflection coefficients and interfacial stiffnesses of contacting surfaces. *Ultrasonics*, 43 :495–502, 2005.

- [70] D.L. Johnson, L.M. Schwartz, D. Elata, J.G. Berryman, B. Hornby, and A.N. Norris. Linear and nonlinear elasticity of granular media : Stress-induced anisotropy of a random sphere pack. *J. Appl. Mech.*, 65(2) :380–388, 1998.
- [71] P. Rasolofosaon, B. Zinszner, and P.A. Johnson. Propagation des ondes Élastiques dans les matériaux non linéaires. *REVUE DE L'INSTITUT FRANÇAIS DU PÉTROLE*, 52(6) :585–608, 1997.
- [72] K.W. Winkler and W.F. Murphy. Acoustic velocity and attenuation in porous rocks. *Rock Physics and Phase relations, A Handbook of Physical Constants*, pages 20–34, 1995.
- [73] M. J. Tompkins and N.I. Christensen. Ultrasonic p- and s-wave attenuation in oceanic basalt. *Geophys. J. Int.*, 145 :172–186, 2001.
- [74] S. Kostek, B.K. Sinha, and A.N. Norris. Third-order elastic constants for an inviscid fluid. *J. Acoust. Soc. Am.*, 94(5) :3014–3017, 1993.
- [75] S.R. Tod. The effects of stress and fluid pressure on the anisotropy of interconnected cracks. *Geophys. J. Int.*, 149 :149–156, 2002.
- [76] C. Pecorari. Acoustoelasticity in cracked solids. *Geophys. J. Int.* ( ), 129 :169–175, 1997.
- [77] J. ZHAO and T. KAZERANI. Properties of rock materials, chapitre 4, lecture notes. disponible à l'adresse <http://lmr.epfl.ch/page65520-fr.html>.
- [78] F.G. Bell. *Engineering Properties of Soils and Rocks*. Blackwell Publishing, 1999.
- [79] G.H.F. GARDNER, L.W. GARDNER, and A.R. GREGORY. Formation velocity and density-the diagnostic basics for stratigraphic traps. *GEOPHYSICS*, 39(6) :770–780, 1974.
- [80] B. Zinszner, P.A. Johnson, and P. Rasolofosaon. Influence of change in physical state on the elastic nonlinear response in rock : Significance of effective pressure and water saturation. *J. Geophys. Res.*, 102(B4) :8105–8120, 1997.
- [81] D. Tocher. Anisotropy in rocks under simple compression. *Trans. Am. Geophys. Union*, 38 :89–94, 1957.
- [82] S. Peacock, C. McCann, J. Sothcott, and T.R. Astin. Seismic velocities in fractured rocks : an experimental verification of hudson's theory. *Geophysical Prospecting*, 42(1) :27–80, 1994.
- [83] A.N. Norris and D.L. Johnson. Nonlinear elasticity of granular media. *J. Appl. Mech.*, 64 :39–49, 1997.
- [84] F. Birch. The velocity of compressional waves in rocks to 10 kilobars, part 1. *J. Geophys. Res.*, 65(4) :1083–1102, 1960.
- [85] V. Tournat, V. Zaitsev, V. Gusev, V. Nazarov, P. Béquin, and B. Castagnède. Probing weak forces in granular media through nonlinear dynamic dilatancy : Clapping contacts and polarization anisotropy. *Phys. Rev. Lett.*, 92, NUMBER 8 :085502, 2004.
- [86] X. Jia, C. Caroli, and B. Velicky. Ultrasound propagation in externally stressed granular media. *Phys. Rev. Lett.*, 82(9) :1863–1866, 1999.
- [87] H.A. Makse, N. Gland, D.L. Johnson, and L. Schwartz. Granular packings : Nonlinear elasticity, sound propagation, and collective relaxation dynamics. *Physical Review E*, 70 :061302, 1–19, 2004.
- [88] K. Hadley. Comparison of calculated and observed crack densities and seismic velocities in westerly granite. *J. Geophys. Res.*, 81(20) :3484–3494, 1976.
- [89] D.S. Hughes and C. Maurette. Détermination des vitesses d'ondes élastiques dans diverses roches en fonction de la pression et de la température. *Rev. Inst. Français Pétrole*, 12 :730–752, 1957.
- [90] R.J. O'Connell and B. Budiansky. Seismic velocities in dry and saturated cracked solids. *J. Geophys. Res.*, 79(35) :5412–5426, 1974.

- 
- [91] J.B. Walsh. The effect of cracks on the compressibility of rock. *J. Geophys. Res.*, 70 :381–389, 1965.
  - [92] J.B. Walsh. The effect of cracks on the uniaxial elastic compression of rock. *J. Geophys. Res.*, 70 :399–411, 1965.
  - [93] V. E. Nazarov and A. M. Sutin. Nonlinear elastic constants of solids with cracks. *J. Acoust. Soc. Am.*, 102 :3349–3354, 1997.
  - [94] S. STANCHITS, S. VINCIGUERRA, and G. DRESEN. Ultrasonic velocities, acoustic emission characteristics and crack damage of basalt and granite. *Pure appl. geophys.*, 163 :974–993, 2006.
  - [95] K.W. Winkler and X. Liu. Measurements of third-order elastic constants in rocks. *J. Acoust. Soc. Am.*, 100 (3) :1392–1398, 1996.
  - [96] L. Yang and J.A. Turner. Elastic wave propagation and scattering in solids with uniaxially aligned cracks. *J. Acoust. Soc. Am.*, 114(2) :591–600, 2003.
  - [97] W.T. George and D. Vashishth. Damage mechanisms and failure modes of cortical bone under components of physiological loading. *J Orthop Res.*, 23 :1047–1053, 2005.
  - [98] D.M. Stobbe. Acoustoelasticity in 7075-t651 aluminum and dependence of third order elastic constants on fatigue damage. Master’s thesis, School of Mechanical Engineering, Georgia Institute of Technology, Atlanta, USA, 2005.
  - [99] O. Moustachi and J.F. Thimus. P-wave attenuation in creeping rock and system identification. *Rock Mech. Rock Engng.*, 30 (4) :169–180, 1997.
  - [100] G. Gremaud, M. Bujard, and W. Benoit. The coupling technique : A two-wave acoustic method for the study of dislocation dynamics. *J. Appl. Phys.*, 61(5) :1795–1805, 1987.
  - [101] A. Hikata, R. Truell, A. Granato, B. Chick, and K. Lücke. Sensitivity of ultrasonic attenuation and velocity changes to plastic deformation and recovery in aluminum. *J. Appl. Phys.*, 27(4) :396–404, 1956.
  - [102] B. Mi, J.E. Michaels, and T.E. Michaels. An ultrasonic method for dynamic monitoring of fatigue crack initiation and growth. *J. Acoust. Soc. Am.*, 119 (1) :74–85, 2006.
  - [103] S. Peacock, C. McCann, J. Sothcott, and T.R. Astin. Experimental measurements of seismic attenuation in microfractured sedimentary rock. *Geophysics*, 59 :1342, 1994.
  - [104] P.B. Nagy. Fatigue damage assessment by nonlinear materials characterization. *Ultrasonics*, 36 :375–381, 1998.
  - [105] D.G. Aggelis and T. Shiotani. Repair evaluation of concrete cracks using surface and through-transmission wave measurements. *Cement & Concrete Composites*, 29 :700–711, 2007.
  - [106] M.R. Tyutin, L.R. Botvina, N.A. Zharkova, T.B. Petersen, and J.A. Hudson. Evolution of damage accumulation in low-carbon steel in tension condition. *Strength, Fracture and Complexity*, 3(2-4) :73–80, 2005.
  - [107] M. Goueygou, O. Abraham, and J.-F. Lataste. A comparative study of two non-destructive testing methods to assess near-surface mechanical damage in concrete structures. *NDT&E International*, pages 1–9, 2008.
  - [108] C. Pecorari. Attenuation and dispersion of rayleigh waves propagating on a cracked surface : an effective field approach. *Ultrasonics*, 38 :754–760, 2000.
  - [109] Ch. Zhang and J.D. Achenbach. Dispersion and attenuation of surface waves due to distributed surface-breaking cracks. *J. Acoust. Soc. Am.*, 88(4) :1986–1992, 1990.
  - [110] D.A. Cook and Y.H. Berthelot. Detection of small surface-breaking fatigue cracks in steel using scattering of rayleigh waves. *NDT & E International*, 34 :483–492, 2001.
  - [111] N. Soga, H. Mizutani, H. Spetzler, and R.J. III Martin. The effect of dilatancy on velocity anisotropy in westerly granite. *J. Geophys. Res.*, 83(B9) :4451–4458, 1978.

- [112] L.W. Anson, R.C. Chivers, and K.E. Puttick. On the feasibility of detecting pre-cracking fatigue damage in metal-matrix composites by ultrasonic techniques. *Composites Science and Technology*, 55 :63–73, 1995.
- [113] G.C. Knollman and R.H. Martinson. Nonlinear elastic effects in the ultrasonic assessment of cumulative internal damage in filled polymers. *J. Appl. Phys.*, 50(12) :8034–8037, 1979.
- [114] I. Solodov, K. Pfeleiderer, H. Gerhard, and G. Busse. Nonlinear acoustic approach to material characterisation of polymers and composites in tensile tests. *Ultrasonics*, 42 :1011–1015, 2004.
- [115] I. Solodov, K. Pfeleiderer, H. Gerhard, S. Predak, and G. Busse. New opportunities for nde with air-coupled ultrasound. *NDT&E International*, 39 :176–183, 2006.
- [116] J.-C. Lacouture, P.A. Johnson, and F. Cohen-Tenoudji. Study of critical behavior in concrete during curing by application of dynamic linear and nonlinear means. *J. Acoust. Soc. Am.*, 113(3) :1325–1332, 2003.
- [117] G.D. Jr Meegan, P.A. Johnson, R.A. Guyer, and K.R. McCall. Observations of nonlinear elastic wave behavior in sandstone. *J. Acoust. Soc. Am.*, 94(6) :3387–3391, 1993.
- [118] I.Y. BELYAEVA, L.A. OSTROVSKY, and E.M. TIMANIN. Experiments on harmonic generation in grainy media. *Acoustics letters*, 15(11) :221–224, 1992.
- [119] D.M. Donskoi and A .M. Sutin. Nonlinear scattering and propagation of longitudinal acoustic waves in porous media. *Sov. Phys. Acoust.*, 30(5) :358–361, 1984.
- [120] V. Tournat, V.E. Gusev, and B. Castagnède. Influence of ballistics to diffusion transition in primary wave propagation on parametric antenna operation in granular media. *Phys Rev. E*, 66 :041303, 2002.
- [121] V. Tournat. *Effet non-linéaire d'auto-démodulation d'amplitude dans les milieux granulaires : Théories et expériences*. PhD thesis, Université du Maine, Le Mans, France, 2003.
- [122] T.J. Ulrich, P.A. Johnson, and R.A. Guyer. Interaction dynamics of elastic waves with a complex nonlinear scatterer through the use of a time reversal mirror. *Physical Review Letters*, 98 :104301, 2007.
- [123] T.J. Ulrich, P.A. Johnson, and A. Sutin. Imaging nonlinear scatterers applying the time reversal mirror. *J. Acoust. Soc. Am.*, 119(3) :1514–1518, 2006.
- [124] T. Goursolle, S. Callé, S. Dos Santos, and O. Bou Matar. A two-dimensional pseudospectral model for time reversal and nonlinear elastic wave spectroscopy. *J. Acoust. Soc. Am.*, 122(6) :3220–3229, 2007.
- [125] G. Zumpano and M. Meo. A new nonlinear elastic time reversal acoustic method for the identification and localisation of stress corrosion cracking in welded plate-like structures Ũ a simulation study. *International Journal of Solids and Structures*, 44 :3666Ũ3684, 2007.
- [126] O. Buck, W.L. Morris, and J.M. Richardson. Acoustic harmonic generation at unbonded interfaces and fatigue cracks. *Appl. Phys. Lett.*, 33 :371–373, 1978.
- [127] J.-Y. Kim, A. Baltazar, J.W. Hu, and S.I. Rokhlin. Hysteretic linear and nonlinear acoustic responses from pressed interfaces. *International Journal of Solids and Structures*, 43 :6436Ũ6452, 2006.
- [128] K.-Y. Jhang. Applications of nonlinear ultrasonics to the nde of material degradation. *IEEE Trans.Ultrason.,Ferroelect.,Freq.Contr.*, 47(3) :540–548, 2000.
- [129] W.L. Morris, O. Buck, and R.V. Inman. Acoustic harmonic generation due to fatigue damage in high-strength aluminium. *J. Appl. Phys.*, 50(11) :6737–6741, 1979.
- [130] A. Sutin, P. Johnson, and J. TenCate. Development of nonlinear time reversed acoustics (nltra) for applications to crack detection in solids. *WCU Paris*, pages 155–158, 2003.
- [131] D. Donskoy, A. Sutin, and A. Ekimov. Nonlinear acoustic interaction on contact interfaces and its use for nondestructive testing. *NDT&E International*, 34 :231–238, 2001.

- 
- [132] Y. Zheng, R.G. Maev, and I.Y. Solodov. Nonlinear acoustic applications for material characterization : A review. *Can. J. Phys.*, 77 :927–967, 1999.
  - [133] K. E.-A. Van Den Abeele, P. A. Johnson, and A. Sutin. Nonlinear elastic wave spectroscopy (news) techniques to discern material damage, part i : Nonlinear wave modulation spectroscopy (nwms). *Research in Nondestructive Evaluation*, 12 :17–30, 2000.
  - [134] V. Zaitsev, V. Nazarov, V. Gusev, and B. Castagnede. Novel nonlinear-modulation acoustic technique for crack detection. *NDT&E Int.*, 39 :184–194, 2006.
  - [135] V. Zaitsev, V. Gusev, and B. Castagnede. Luxemburg-gorky effect retooled for elasticwaves : A mechanism and experimental evidence. *Physical Review Letter*, 89, NUMBER 10 :105502, 2002.
  - [136] E.M. Ballad, S.Y. Vezirov, K. Pfeiderer, I.Y. Solodov, and G. Busse. Nonlinear modulation technique for nde with air-coupled ultrasound. *Ultrasonics*, 42 :1031–1036, 2004.
  - [137] X.J. Chen, J.-Y. Kim, K.E. Kurtis, J. Qu, C.W. Shen, and L.J. Jacobs. Characterization of progressive micro-cracking in portland cement mortar using nonlinear ultrasonics. *NDT&E International*, 41 :112–118, 2008.
  - [138] R.M. DŠAngelo, K.W. Winkler, and D.L. Johnson. Three wave mixing test of hyperelasticity in highly nonlinear solids : Sedimentary rocks. *J. Acoust. Soc. Am.*, 123(2) :622–639, 2008.
  - [139] D.A. Nelson and D.T. Blackstock. Harmonic generation, propagation and attenuation for finite-amplitude tones in an air-filled porous material. In *Frontiers of Nonlinear Acoustics : Proceedings of 12th ISNA*, 1990.
  - [140] H.L. Kuntz and D.T. Blackstock. Attenuation of intense sinusoidal waves in air-saturated, bulk porous materials. *J. Acoust. Soc. Am.*, 81(6) :1723–1731, 1987.
  - [141] E. F. Morgan, O. C. Yeh, W. C. Chang, and T. M. Keaveny. Nonlinear behavior of trabecular bone at small strains. *J. Biomech. Eng.*, 123 :1–9, 2001.
  - [142] V. Aleshin, W. Desadeleer, M. Wevers, and K. Van Den Abeele. Characterization of hysteretic stressŰstrain behavior using the integrated preisach density. *International Journal of Non-Linear Mechanics*, 43 :151–163, 2008.
  - [143] M. Muller, A. Sutin, R. Guyer, M. Talmant, P. Laugier, and P.A. Johnson. Nonlinear resonant ultrasound spectroscopy (nrus) applied to damage assessment in bone. *J. Acoust. Soc. Am.*, 118(6) :3946–52, 2005.
  - [144] M. Muller. *Cortical bone assessment using linear and non linear acoustics. Application to bone micro damage assessment*. PhD thesis, University Paris VIII (in French), 2006.
  - [145] M. Muller, D. Mitton, M. Talmant, P.A. Johnson, and P. Laugier. Nonlinear ultrasound can detect accumulated damage in human bone. *J. Biomech.*, 41(5) :1062–1068, 2008.
  - [146] E. Ogam, A. Wirgin, Z.E.A. Fellah, and Y. Xu. Experimental and theoretical nonlinear dynamic response of intact and cracked bone-like specimens with various boundary conditions. *J. Vib. Acoust.*, 129(5) :541–549, 2007.
  - [147] H.E. Engan, K.A. Ingebrigtsen, K.G. Oygarden, E.K. Hagen, and L. Hoff. Nonlinear ultrasound detection of osteoporosis. *Ultrasonics IEEE Symposium*, 2006.
  - [148] L. Hoff, K.G. Oygarden, E.K. Hagen, and J.-A. Falch. Diagnosis of osteoporosis using nonlinear ultrasound. *Ultrasonics IEEE Symposium*, 1 :1010–1013, 2003.
  - [149] G. Renaud, S. Call  , J.-P. Remenieras, and M. Defontaine. Non-linear acoustic measurements to assess crack density in trabecular bone. *International Journal of Non-Linear Mechanics*, 43(3) :194–200, 2008.
  - [150] T.J. Ulrich, P.A. Johnson, M. Muller, D. Mitton, M. Talmant, and P. Laugier. Application of nonlinear dynamics to monitoring progressive fatigue damage in human bone. *Appl. Phys. Lett.*, 91 :213901, 2007.
  - [151] D.M. Donskoy and A. Sutin. Nonlinear acoustic parameter of trabecular bone. In *J. Acoust. Soc. Am.*, volume 102(5), page 3155, 1997.

- [152] S. Callé, J.-P. Remeniéras, O. Bou Matar, M. Defontaine, and F. Patat. Application of nonlinear phenomena induced by focused ultrasound to bone imaging. *Ultrasound Med Biol.*, 29(3) :465–472, 2003.
- [153] S. Callé. *Application de la force de radiation ultrasonore à l'imagerie d'élasticité des tissus biologiques*. PhD thesis, University of Tours (France), 2003.
- [154] <http://uwmsk.org/residentprojects/rheumatoid.html>.
- [155] R.J. Dickinson and C.R. Hill. Measurement of soft tissue motion using correlation between a-scans. *Ultrasound Med and Biol.*, 8(3) :263–271, 1982.
- [156] K.J. Parker, L.S. Taylor, and S. Gracewski. A unified view of imaging the elastic properties of tissue. *J. Acoust. Soc. Am.*, 117(5) :2705–2712, 2005.
- [157] M. Elkateb Hachemi, S. Callé, and J.P. Remeniéras. Utilisation des ondes de cisaillement ultrasonores pour l'imagerie d'élasticité des tissus biologiques. *Traitement du signal*, 23 :247–258, 2006.

# Chapitre 3

## Mesure localisée, sans contact, de non-linéarités acoustiques par couplage d'une onde basse-fréquence et d'impulsions ultrasonores

### Sommaire

---

<b>3.1</b>	<b>Présentation de la méthode acousto-élastique dynamique basse-fréquence</b>	<b>161</b>
3.1.1	Dispositif expérimental . . . . .	161
3.1.2	Caractérisations des champs de pression basse-fréquence et ultrasonore . . .	165
<b>3.2</b>	<b>Phénomènes physiques mis en jeu . . . . .</b>	<b>168</b>
3.2.1	Effet acousto-élastique . . . . .	168
3.2.2	Effet dissipatif acoustique non linéaire . . . . .	169
3.2.3	Influence de la viscosité sur la mesure des effets non linéaires élastiques . .	169
3.2.4	Interactions mutuelles complexes entre onde sonde et onde pompe . . . . .	172
<b>3.3</b>	<b>Extraction des effets non linéaires élastiques et dissipatifs . . . . .</b>	<b>175</b>
3.3.1	Calcul de la modulation du temps de vol des impulsions ultrasonores . . . .	176
3.3.2	Calcul de la modulation de l'amplitude et de l'énergie des impulsions ultrasonores . . . . .	177
3.3.3	Correction de l'erreur sur la fréquence de tir des impulsions ultrasonores . .	178
3.3.4	Niveau de bruit de la chaîne de mesure . . . . .	179
<b>3.4</b>	<b>Analyses des effets non linéaires élastiques et dissipatifs . . . . .</b>	<b>179</b>
3.4.1	Mesures par variation dynamique ou quasi-statique de l'amplitude de l'onde basse-fréquence . . . . .	180
3.4.2	Analyse fréquentielle . . . . .	181



3.4.3	Analyse instantanée . . . . .	183
3.4.4	Calcul du paramètre de non-linéarité acoustique élastique quadratique $\beta$ dans un fluide . . . . .	186
3.4.5	Calcul des paramètres de non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives pour un échantillon en insertion . . . . .	189
<b>3.5</b>	<b>Résultats expérimentaux dans différents matériaux . . . . .</b>	<b>194</b>
3.5.1	Validation dans un fluide non-visqueux : l'eau . . . . .	194
3.5.2	Échantillon solide faiblement non linéaire : le PMMA . . . . .	195
3.5.3	Échantillon à porosité connectée élevée : mousses polyester . . . . .	196
3.5.4	Fluide visqueux : le miel . . . . .	198
3.5.5	Solides visco-élastiques non fissurés et fissurés : la silice, le Pyrex et le silicone	199
3.5.6	Milieu granulaire non consolidé constitué de billes de verre et saturé en eau	207
3.5.7	Tableau récapitulatif des mesures acoustiques non linéaires . . . . .	216
3.5.8	Conclusions . . . . .	218
	<b>Bibliographie . . . . .</b>	<b>218</b>

---

Plusieurs expériences préliminaires de mesure d'effets acoustiques non linéaires sur des échantillons osseux trabéculaires ont conforté, d'une part l'intérêt à poursuivre dans cette direction pour la caractérisation du niveau d'endommagement du tissu osseux, et d'autre part le choix de la méthode expérimentale décrite dans ce troisième chapitre. En effet, comme évoqué dans le chapitre 2 (partie 2.2), la génération d'harmoniques d'une onde propagative ultrasonore puissante focalisée [1] (voir annexe), l'interaction paramétrique entre deux ondes ultrasonores focalisées de fréquences proches [2], ou la réception paramétrique avec une onde sonde ultrasonore continue [1] (voir annexe) sont mal adaptées à une application *in vivo* dans les os poreux, dits os trabéculaires. Par conséquent, nous avons choisi de développer une méthode basée sur l'interaction entre une onde acoustique basse-fréquence, dite onde pompe, et des impulsions ultrasonores, dites ondes sondes, émises à une cadence de tir supérieure à la fréquence de l'onde pompe. Une fois mis au point, le dispositif expérimental a été validé pour les cas des liquides et des solides homogènes (non endommagés). Ensuite, la méthode a été appliquée aux fluides et aux solides visco-élastiques afin de mesurer l'influence de la viscosité linéaire et non linéaire. Enfin, des mesures ont été menées dans le verre fissuré, dans des échantillons de silicone non fissuré et fissuré et dans des milieux granulaires tels que des billes de verre saturées en eau. Ces dernières mesures pourraient permettre des analogies avec les comportements mesurés dans l'os trabéculaire dans lequel des fissures et des contacts entre les parties d'une travée cassée sont susceptibles de générer des non-linéarités acoustiques.

## 3.1 Présentation de la méthode acousto-élastique dynamique basse-fréquence

### 3.1.1 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental développé pendant ce travail s'inscrit entre les méthodes mesurant l'effet acousto-élastique induit par une variation de la pression de compression hydrostatique par paliers (mesuré soit par interférométrie en générant une onde acoustique stationnaire [3], soit par la variation du temps de vol d'impulsions ultrasonores [4]), les méthodes employant l'interaction non linéaire entre une onde sonde haute-fréquence et une onde pompe basse-fréquence, dite réception paramétrique<sup>1</sup> [6][7][8][9][10][11], et les méthodes où la contrainte basse-fréquence est une compres-

---

1. La réception paramétrique, ou modulation du son par le son [5], consiste à détecter les effets d'une onde acoustique puissante, dite onde pompe, par la modulation de la phase d'une autre onde acoustique de plus haute fréquence et de plus faible amplitude, dite onde sonde. La modulation de phase, ou de la vitesse de propagation de l'onde sonde, est une conséquence de la non-linéarité de l'équation d'état du milieu de propagation et de la non-linéarité géométrique de l'équation d'Euler. Lorsque les deux ondes sont colinéaires, le rapport entre les deux fréquences doit être supérieur à 10 pour une interaction efficace. Dans le cas où les directions de propagation sont perpendiculaires, ce rapport doit être en pratique très supérieur à 10 et la période basse-fréquence doit être très supérieure au temps de propagation de l'onde sonde.

sion/traction uniaxiale ou une flexion appliquée directement en contact sur l'échantillon dans un environnement sec ou en immersion dans un liquide [12][13].

Le procédé expérimental décrit par la suite a tenté de pallier les inconvénients de méthodes mises en œuvre antérieurement exploitant l'effet acousto-élastique, en vue d'une application *in vivo* à l'os trabéculaire :

- l'utilisation d'une onde sonde continue permet d'extraire l'effet non linéaire par démodulation analogique ou numérique de la phase de l'onde sonde, mais limite la longueur d'interaction (taille de l'échantillon) ou la durée du signal basse-fréquence de l'onde pompe pour empêcher la superposition d'échos de réflexion de l'onde sonde incidente et la formation d'ondes stationnaires [6][7][14][8][9],
- l'interaction colinéaire crée des problèmes d'ombre dans le champ de pression de l'onde pompe par les transducteurs de l'onde sonde, ce qui complexifie le champ de pression basse-fréquence et donc l'analyse [15][16],
- l'interaction colinéaire, lorsque l'onde sonde fait un aller-retour dans l'échantillon et lorsque l'onde pompe est émise sur le trajet retour de l'onde sonde, permet de s'affranchir des problèmes d'ombre mais ne peut pas être envisagée dans un milieu très atténuant comme l'os trabéculaire [6][7][14],
- la variation de la pression hydrostatique par paliers nécessite d'enfermer l'échantillon à tester dans une enceinte hermétique remplie d'eau de conception et d'usage relativement complexes,
- diminuer la pression hydrostatique dans une enceinte hermétique remplie d'eau en dessous de la pression atmosphérique pour induire une traction triaxiale de l'échantillon est techniquement relativement complexe,
- le collage des transducteurs ultrasonores sur l'échantillon et l'application de la contrainte basse-fréquence en contact sur l'échantillon n'est souvent pas possible (cas d'un objet de formes complexes ou d'un milieu « mou ») et peut rendre la méthode invasive (application sur les os *in vivo*).

Aussi, l'interaction entre une onde pompe basse-fréquence (quelques kHz) et une onde sonde constituée d'impulsions ultrasonores (entre 300 kHz et 5 MHz) émises à une cadence de tir supérieure à la fréquence de l'onde pompe (entre 10 et 50 kHz), permet une mesure sans contact des effets non linéaires élastiques et dissipatifs (figure 3.1). Le signal acquis par l'oscilloscope (figure 3.2) dure environ 100 ms et contient entre 1000 et 5000 impulsions ultrasonores. Comme proposé par Ichida *et al.* [8][9], l'onde pompe basse-fréquence et les impulsions ultrasonores se propagent dans des directions perpendiculaires. L'utilisation d'une source basse-fréquence puissante permet de générer dans l'eau<sup>2</sup> une variation sinusoïdale de la pression hydrostatique autour de la pression atmosphérique,

---

2. L'eau peut être remplacée par tout autre fluide, si l'échantillon est sensible à l'oxydation par l'eau.

donc des phases de compression et de traction tri-axiales, dans une région limitée devant la source rayonnante basse-fréquence (volume sphérique d'environ 5 cm de diamètre). L'amplitude de cette variation est néanmoins limitée à 1 atm, puisque, au-delà, les phases de détente déclencheraient la cavitation de l'eau. De plus, l'expérience peut se dérouler dans une simple cuve remplie d'eau, non hermétique (figure 3.2). Pour ces raisons, cette technique de mesure est appelée méthode acousto-élastique dynamique basse-fréquence.

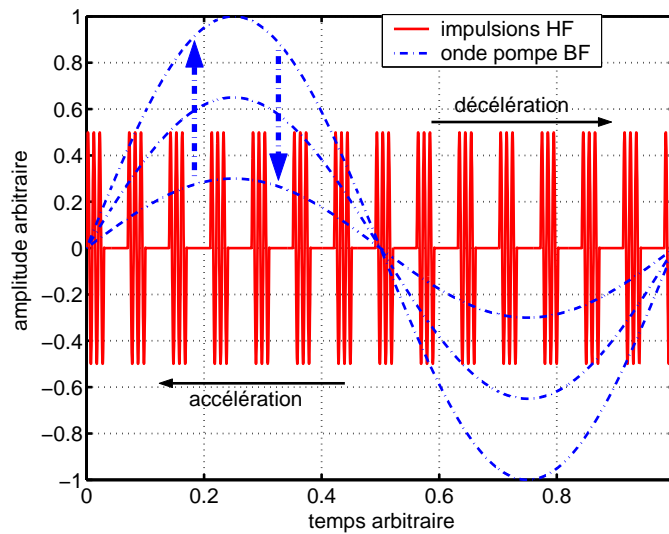


FIGURE 3.1 – Illustration de l'effet acousto-élastique. Les phases de surpression basse-fréquence augmentent la vitesse de propagation des impulsions ultrasonores alors que les phases de dépression basse-fréquence diminuent la vitesse de propagation. L'amplitude de l'onde pompe basse-fréquence peut être augmentée puis diminuée afin de mesurer la relation entre l'amplitude des effets non linéaires et l'amplitude de l'onde pompe.

Les ondes pompe et sondes se propagent dans des directions perpendiculaires, l'interaction se produit donc dans un volume cylindrique de diamètre égal à celui du faisceau ultrasonore (en pratique entre 5 et 15 mm, focalisé ou non par les transducteurs) et de longueur égale à la distance séparant les transducteurs ultrasonores (entre 2 et 10 cm). Ainsi, cette technique permet une mesure localisée des non-linéarités acoustiques, une imagerie est donc possible (figures 3.2, 3.3 et 3.4). Les caractéristiques des champs de pression ultrasonore et basse-fréquence sont décrits dans la partie 3.1.2. La limite principale de la méthode expérimentale est qu'au moins une des dimensions de l'échantillon testé doit être inférieure à 5 cm, afin d'assurer une pression acoustique basse-fréquence la plus constante possible sur le chemin de propagation ultrasonore dans l'échantillon.

Se pose la question des réflexions des ondes pompe et sonde dans le dispositif. Tout d'abord, le réglage de la fréquence de tir des impulsions ultrasonores permet d'éviter la superposition, à la réception, de l'impulsion incidente avec les échos provenant des réflexions des impulsions précédentes

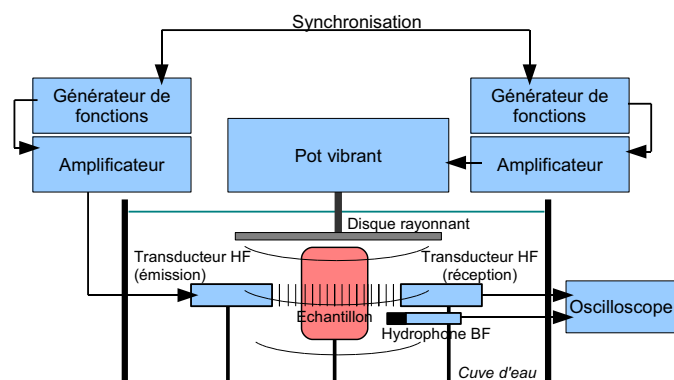


FIGURE 3.2 – Schéma du dispositif expérimental permettant une mesure localisée des non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives. La longueur d'onde basse-fréquence n'est pas à l'échelle.

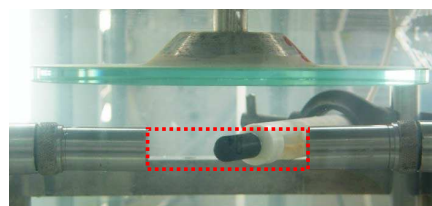


FIGURE 3.3 – Photo montrant les deux transducteurs ultrasonores (à gauche et à droite), un piston en verre rayonnant l'onde pompe basse-fréquence (en haut), l'hydrophone omnidirectionnel mesurant l'onde pompe (au centre en arrière plan). La zone cylindrique en pointillé rouge est la zone de mesure.

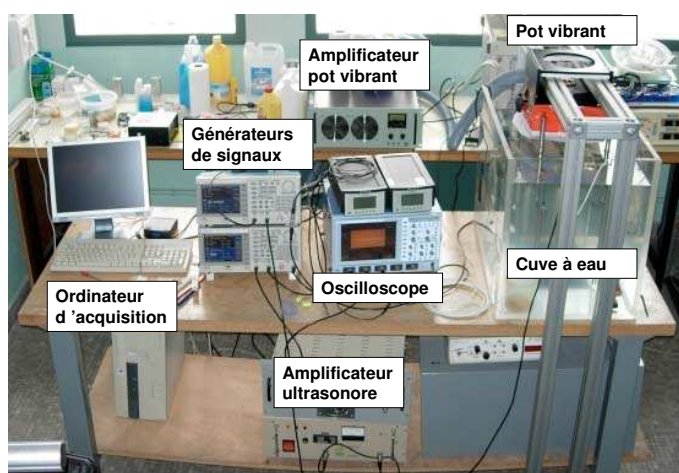


FIGURE 3.4 – Photo du dispositif expérimental complet.

créés entre les transducteurs émetteur et récepteur et l'échantillon solide inséré dans la zone d'interaction. Ensuite, l'utilisation d'une cuve cubique d'environ 50 cm de côté en PMMA remplie d'eau est de taille suffisante pour rendre négligeable l'amplitude des échos de fond de cuve de l'onde pompe basse-fréquence. En effet, la diffraction de l'onde pompe (de fréquence égale à quelques kHz<sup>3</sup>) rayonnée par un disque plongé dans l'eau dont le diamètre vaut 10 à 15 cm, est importante. Par conséquent l'amplitude du champ de pression basse-fréquence dans l'axe du disque rayonnant décroît très vite (l'amplitude des échos de fond est de l'ordre de 1% de l'amplitude de l'onde incidente au niveau de la région d'interaction des faisceaux ultrasonore et basse-fréquence).

3. La longueur d'onde acoustique dans l'eau vaut 50 cm à 3 kHz, elle est donc nettement supérieure au diamètre du disque rayonnant.

### 3.1.2 Caractérisations des champs de pression basse-fréquence et ultrasonore

#### 3.1.2.1 Champ de pression de l'onde pompe basse-fréquence

L'onde pompe basse-fréquence (figure 3.5) est générée par un disque circulaire, plongé dans l'eau, relié par un axe à un pot vibrant Brüel & Kjær 4826 (figure 3.2). Le disque est excité à la fréquence de son premier mode de résonance, choisi pour obtenir un rayonnement acoustique efficace (figure 3.6). Grâce à la résonance, l'amplitude des vibrations du disque rayonnant est fortement amplifiée. L'utilisation de la résonance du piston est exploitée car le pot vibrant seul n'est pas capable de générer des vitesses de vibration suffisantes. En effet, l'accélération du pot vibrant est limitée à 100 g, la résonance du disque permet d'atteindre une accélération de l'ordre de 500 g.

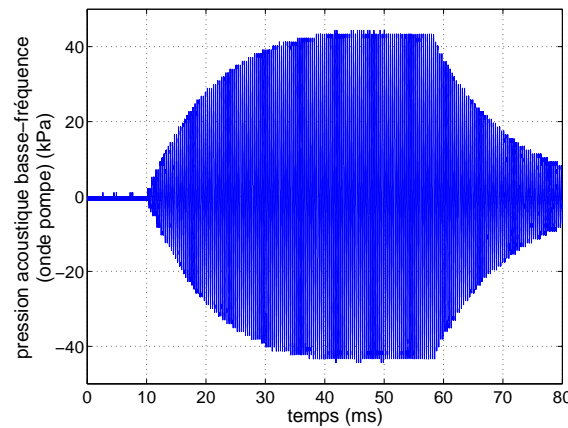


FIGURE 3.5 – Onde pompe typiquement mesuré par l'hydrophone basse-fréquence dans l'eau, à 3 cm devant le disque rayonnant. La fréquence de résonance vaut 2850 Hz. On remarque une forme d'onde typiquement résonante ; au début de l'excitation du disque, l'amplitude de la pression rayonnée augmente jusqu'à atteindre un palier, et lorsque l'excitation est stoppée, l'amplitude de la pression décroît progressivement. L'onde pompe est constituée de 150 périodes basse-fréquence.

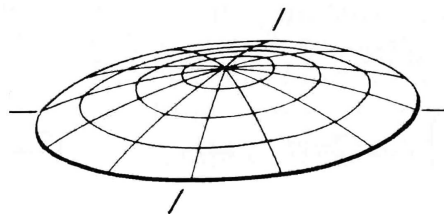


FIGURE 3.6 – Schéma représentant le premier mode de résonance d'un disque, dont le rayonnement acoustique est efficace [17].

Deux pistons en verre ont principalement été utilisés, l'un résonnant autour de 2900 Hz dans l'eau (diamètre 16 cm et épaisseur 6 mm) et l'autre résonnant autour de 4200 Hz dans l'eau (diamètre 14 cm et épaisseur 1 cm). L'onde pompe, constituée d'une centaine de périodes basse-fréquence, est

mesurée par un hydrophone omnidirectionnel Brüel & Kjær 8103. Les figures 3.7 et 3.8 montrent le champ de pression rayonné par le disque résonnant autour de 2900 Hz. Notons que la longueur d'onde dans l'eau (52 cm à 2900 Hz) est grande devant le diamètre du piston, par conséquent les effets de champ proche (oscillations de l'amplitude acoustique) ne sont pas mesurés sur l'axe du piston puisque la distance de Rayleigh est inférieure à 1 cm [18]. En effet, l'amplitude de la pression acoustique mesurée sur l'axe du piston est inversement proportionnelle à la distance sur l'axe du disque (figure 3.7).

L'utilisation alternative d'un projecteur puissant utilisé en acoustique sous-marine a été envisagée mais cette solution s'avère plus onéreuse.

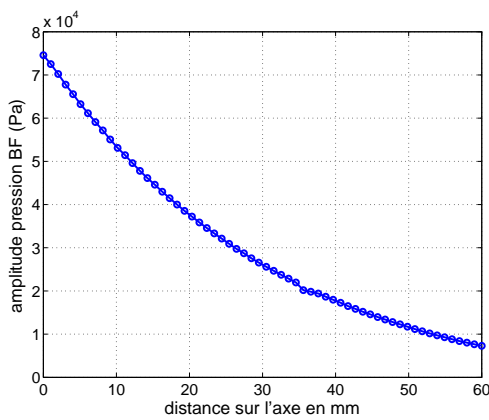


FIGURE 3.7 – Mesure du champ de pression basse-fréquence axial émis par un disque de diamètre 16 cm, résonnant à 2830 Hz. Compte tenu des dimensions de l'hydrophone (2 cm de longueur, 6 mm de diamètre), l'abscisse 0 correspond à une distance de 5 mm sur l'axe du piston.

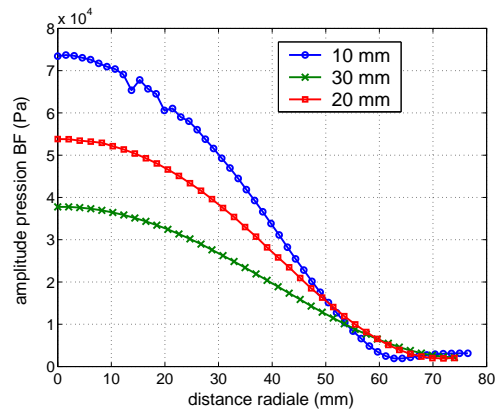


FIGURE 3.8 – Mesure du champ de pression basse-fréquence radial émis par un disque de diamètre 16 cm, résonnant à 2830 Hz. La mesure a été réalisée à 10 mm, 20 mm et 30 mm du disque rayonnant, sur son axe.

Des disques de différentes géométries ont été fabriqués pour générer une onde pompe de fréquence comprise entre 500 Hz et 6 kHz. Le dispositif de maintien des transducteurs ultrasonores est tel que la fréquence ne peut être choisie en-dessous de 2 kHz, car l'onde pompe fait vibrer la structure avec des amplitudes de déplacement de l'ordre du dixième de micromètre ou du micromètre. Ces vibrations produisent un artefact de modulation du temps de vol ultrasonore et ne permettent pas une mesure correcte des effets non linéaires acoustiques. Ces vibrations parasites pourraient en outre être diminuées en améliorant la robustesse et la stabilité du dispositif de maintien des transducteurs ultrasonores.

La limite haute du choix de la basse-fréquence est conditionnée par le fait que la longueur d'onde basse-fréquence doit être grande devant la distance de propagation ultrasonore (ou la période basse-fréquence doit être grande devant le temps de propagation ultrasonore) afin d'assurer une pression acoustique basse-fréquence la plus constante possible, c'est-à-dire quasi-statique, pendant un temps



de vol ultrasonore. De plus, pour permettre l'analyse fréquentielle présentée par la suite, il faut au moins 8-10 impulsions ultrasonores par période basse-fréquence pour assurer la condition de Shannon [19] lors du passage dans le domaine fréquentiel. Aussi, en pratique, la fréquence de l'onde pompe n'a jamais excédé 5 kHz.

Dans les configurations expérimentales couramment utilisées, on mesure une amplitude de pression acoustiques basse-fréquence maximale de 60 kPa à 3 cm sur l'axe du piston. Limite au delà de laquelle, la cavitation apparaît à la surface du piston (car la pression acoustique dépasse 100 kPa). La cavitation induit en effet une distorsion de la forme de l'onde acoustique basse-fréquence. Cependant, pour une amplitude de 60 kPa, le taux de distorsion harmonique de l'onde sinusoïdale (rapport entre l'amplitude à la fréquence fondamentale et l'amplitude des harmoniques) émise par le disque est de l'ordre de 30 dB en amplitude.

### 3.1.2.2 Champ de pression de l'onde sonde ultrasonore

Les transducteurs mono-élément plans de diamètre 13 mm et de fréquence centrale 1 MHz, utilisés en émission et réception, sont identiques (de marques Panametrics ou Imasonic). La fréquence centrale des impulsions ultrasonores peut alors être choisie entre 400 kHz et 1.5 MHz en fonction de l'atténuation du milieu sondé. Le champ de pression axial rayonné par ces transducteurs montre un maximum à la distance de Rayleigh égale à  $a^2/\lambda$ , où  $a$  est le rayon du transducteur et  $\lambda$  la longueur d'onde acoustique, qui délimite le champ proche et le champ lointain [18]. On observe des oscillations dans le champ proche, dues aux effets de diffraction (figure 3.9). En champ lointain, l'amplitude de la pression acoustique décroît selon une loi inversement proportionnelle à la distance sur l'axe du transducteur.

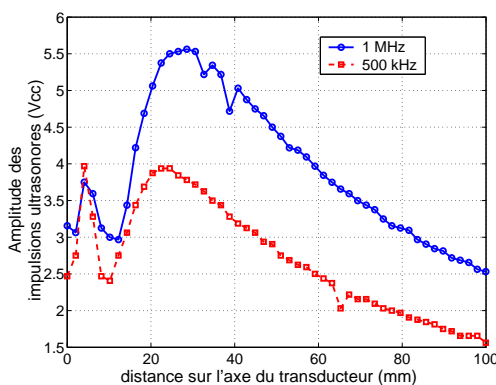


FIGURE 3.9 – Mesure de l'amplitude des impulsions ultrasonores sur l'axe d'un transducteur plan de diamètre 13 mm. La mesure est réalisée avec un hydrophone à pointe de diamètre 1 mm, pour des impulsions de fréquences centrales 1 MHz et 500 kHz.

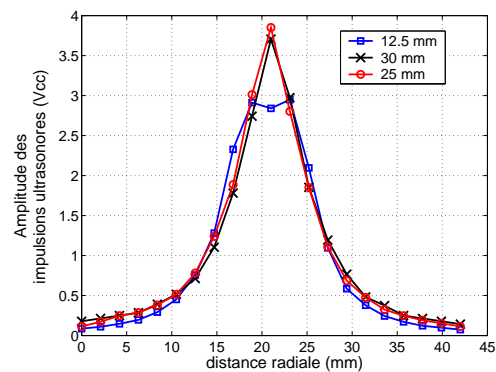


FIGURE 3.10 – Mesure de l'amplitude des impulsions ultrasonores dans la dimension radiale d'un transducteur plan de diamètre 13 mm. La mesure est réalisée avec un hydrophone à pointe de diamètre 1 mm, pour une impulsion de fréquence centrale 500 kHz, à 12.5 mm, 25 mm et 30 mm du transducteur. L'axe du transducteur est situé à une distance radiale de 21 mm.

Notons que ces variations de l'amplitude de l'onde sonde ultrasonore dans le champ proche des transducteurs n'influencent pas l'effet acousto-élastique. Néanmoins, il convient d'espacer les transducteurs émetteur et récepteur du double de leur distance focale pour obtenir un signal maximal à la réception et par conséquent un rapport signal sur bruit optimal. L'amplitude maximale de la pression acoustique ultrasonore est de l'ordre de 500 kPa.

Enfin, la figure 3.10 montre le champ de pression radial rayonné par les transducteurs ultrasonores pour trois distances sur l'axe du transducteur. Le diamètre du faisceau ultrasonore à -6 dB est de l'ordre de 1 cm, ce qui permet une mesure localisée des effets non linéaires acoustiques. Par ailleurs, des transducteurs focalisés peuvent être employés pour diminuer le diamètre du faisceau ultrasonore et ainsi améliorer la résolution spatiale de la mesure localisée.

## 3.2 Phénomènes physiques mis en jeu

L'interaction entre l'onde basse-fréquence et les impulsions ultrasonores fait intervenir plusieurs aspects physiques : les effets non linéaires acoustiques élastiques et dissipatifs ainsi que les effets visco-élastiques linéaires et non linéaires. Suite à la description de ces effets, l'interaction mutuelle possible entre l'onde pompe et les ondes sondes impulsionsnelles sera évoquée.

### 3.2.1 Effet acousto-élastique

Dans un milieu dont les dimensions sont grandes devant la longueur d'onde acoustique, la vitesse de propagation des ondes de compression longitudinales  $c_L$  est reliée au module élastique de compression<sup>4</sup>  $K$  et à la masse volumique du milieu  $\rho$  par la relation :  $c_L = (K/\rho)^{1/2}$ . La vitesse de propagation des ondes de cisaillement transversales  $c_T$  s'exprime de la même manière en remplaçant le module élastique de compression par le module élastique de cisaillement  $\mu$  :  $c_T = (\mu/\rho)^{1/2}$ .

Ces vitesses de propagation sont donc sensibles à des variations des modules élastiques ainsi qu'aux variations de masse volumique. En considérant de petites variations des grandeurs physiques  $\delta c$ ,  $\delta TOF$ ,  $\delta K$  et  $\delta \rho$ , on peut écrire :

$$\frac{\delta c}{c_0} = -\frac{\delta TOF}{TOF_0} = \frac{\delta K}{2K_0} - \frac{\delta \rho}{2\rho_0}, \quad (3.1)$$

où  $TOF$  est le temps de vol (Time Of Flight) et l'indice 0 réfère à la valeur sans perturbation basse-fréquence.  $TOF_0 = L/c_0$  où  $L$  est la distance entre les transducteurs ultrasonores, considérée comme constante.

---

4. Le module élastique de compression  $K$  s'exprime en fonction des coefficients élastiques de Lamé  $\lambda$  et  $\mu$ ,  $K = \lambda + 2\mu$ , ou en fonction du module élastique de volume  $B$  ( $B = -V_0 \frac{\Delta Pressure_{Hydrostatique}}{\Delta V}$ ) et du module élastique de cisaillement  $\mu$ ,  $K = B + 4/3\mu$ . Pour le tissu osseux,  $B = 22GPa$  et  $\mu = 6GPa$  [20].

Lorsque l'effet acousto-élastique est uniquement dû à l'effet thermodynamique classique [21], les variations du module de compression sont faibles. Dans les liquides et les solides homogènes, les variations relatives de masse volumique sont un ordre de grandeur inférieures aux variations relatives du module de compression [22].

Par ailleurs, dans les matériaux granulaires et micro-fissurés, les variations des constantes élastiques sont bien supérieures à celles de la masse volumique, qui peuvent dans ce cas être négligées [23]. Nous avons donc négligé les variations de masse volumique dans l'ensemble des expériences qui ont été menées.

Les variations du temps de vol des impulsions ultrasonores induites par la pression de l'onde pompe basse-fréquence sont reliées à celles du module élastique par [24] :

$$\delta TOF = TOFM = -\frac{L}{2\rho_0 c_0^3} \delta K, \quad (3.2)$$

où  $TOFM$  est la variation de temps de vol ultrasonore (Time Of Flight Modulation),  $L$  la distance entre les transducteurs ultrasonores et  $\delta K$  la petite variation du module élastique  $K$ , avec  $K = \rho c^2$ . Aussi les variations du temps de vol ultrasonore sont identifiables à celles du module élastique à un coefficient négatif près, si on néglige d'éventuelles interactions mutuelles entre l'onde sonde et l'onde pompe (voir partie 3.2.4).

En considérant le développement non linéaire classique en série de Taylor jusqu'à l'ordre 2 du module élastique de compression dans les fluides et les solides homogènes,  $K = K_0(1 - \beta\epsilon - \delta\epsilon^2)$  (voir chapitre 2), l'équation 3.2 devient :

$$TOFM_{sonde} = -\frac{L}{2\rho_0 c_0^3} [\beta p_{pompe} - \delta/K_0 p_{pompe}^2]. \quad (3.3)$$

### 3.2.2 Effet dissipatif acoustique non linéaire

Dans le cas de milieux fissurés et granulaires, il peut apparaître des effets acoustiques dissipatifs non linéaires, c'est-à-dire une variation de l'atténuation du milieu induite par le passage d'une onde acoustique. L'interaction non linéaire entre l'onde pompe et l'onde sonde conduit à moduler l'amplitude (ou l'énergie) des impulsions ultrasonores. Cet effet est induit par l'ouverture et la fermeture des fissures ou contacts entre grains à la fréquence de l'onde pompe.

### 3.2.3 Influence de la viscosité sur la mesure des effets non linéaires élastiques

La viscosité d'un matériau soumis à une sollicitation mécanique dynamique influence sa loi de comportement (relation contrainte-déformation), il est nécessaire de s'interroger sur l'influence de

la viscosité sur la mesure des effets non linéaires élastiques. En outre, il convient de distinguer la viscosité de cisaillement de la viscosité de volume [25][17]. La viscosité de volume a été très peu étudiée car elle est difficile à mesurer. Pourtant, notre dispositif expérimental emploie une onde acoustique basse-fréquence de compression pour comprimer et dilater la matériau testé, c'est donc la viscosité de volume qui nous intéresse ici.

### 3.2.3.1 Visco-élasticité linéaire

L'expérience est contrôlée par la pression de l'onde pompe basse-fréquence. Introduisons un déphasage  $\phi$  entre la contrainte et la déformation induit par la visco-élasticité du milieu. Alors la représentation des variations non linéaires de l'élasticité du milieu en fonction de la pression de l'onde pompe présentera une hystérésis puisque ces effets non linéaires ne peuvent exister que lorsque le milieu se déforme effectivement.

En admettant une variation sinusoïdale de la pression hydrostatique du type  $p = p_0 \sin(\omega t)$ , on peut écrire :  $\epsilon = -p_0 \sin(\omega t - \phi)/K_0$ , et donc exprimer les variations de temps de vol ultrasonore en fonction de la pression de l'onde pompe, compte tenu de l'équation 3.3 :

$$TOFM = -\frac{L}{2\rho_0 c_0^3} [\beta p_0 \sin(\omega t - \phi) - \delta (p_0 \sin(\omega t - \phi))^2 / K_0], \quad (3.4)$$

Le facteur de perte ou facteur d'amortissement est égal à la tangente de ce déphasage  $\phi$ . C'est une caractéristique du matériau qui dépend généralement de sa température et de la fréquence de l'excitation. La valeur du déphasage  $\phi$  peut être déduite des mesures en utilisant la méthode de Lissajous sur un diagramme représentant les variations instantanées du temps de vol ultrasonore en fonction de la pression acoustique basse-fréquence (figure 3.11) [26], ou par inter-corrélation des signaux temporels de variations du temps de vol ultrasonore et de la pression acoustique basse-fréquence.

Pour un solide purement élastique,  $\phi = 0$ . Pour un liquide newtonien (dont la viscosité ne dépend pas de la vitesse de déformation) incompressible,  $\phi = \pi/2$ . Dans le cas général, les matériaux sont visco-élastiques et  $0 < \phi < \pi/2$ .

Pour l'eau, les viscosités dynamiques de cisaillement et de volume sont respectivement égales à 1 mPa.s et 2.8 mPa.s à 20°C [25]. Le temps de relaxation  $\tau$  est le temps au bout duquel la déformation atteint 63% de sa valeur asymptotique,  $\tau = \eta/(\rho c^2)$ , où  $\eta$  est la viscosité dynamique. Dans l'eau,  $\tau$  est de l'ordre de la picoseconde. Les effets visqueux sont donc extrêmement faibles et ne pourront être mesurés dans l'eau par la méthode.

Dans les conditions normales de température et de pression, la viscosité dynamique de cisaillement est de l'ordre de 10 Pa.s pour le miel [27][28] et est estimée entre  $10^{15}$  et  $10^{40}$  Pa.s pour le verre [29][30]. A notre connaissance, il n'existe pas de mesure de la viscosité de volume dans ces deux matériaux. Le plus faible déphasage mesurable par la méthode est de l'ordre de  $0.5\mu\text{s}$ , correspondant

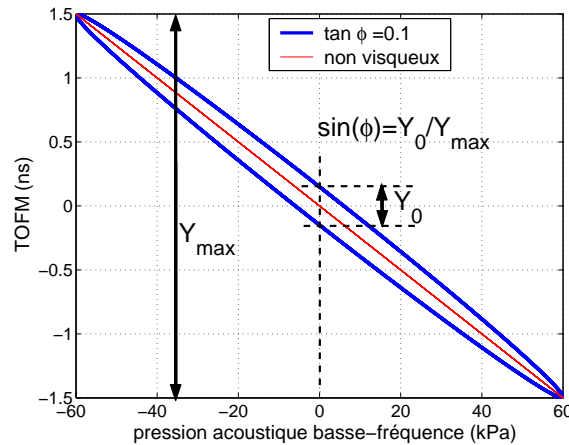


FIGURE 3.11 – Illustration de la relation acousto-élastique entre la variation du temps de vol ultrasonore (TOFM) et la variation de la pression acoustique hydrostatique pour un milieu parfaitement non visqueux et un milieu visco-élastique linéaire de facteur de perte égal à 0.1. Le calcul du déphasage dû à la visco-élasticité est indiqué sur la figure (cas de deux signaux sinusoïdaux à valeur moyenne nulle). Seule la non-linéarité élastique quadratique est prise en compte.  $\beta = 5$ ,  $K_0 = 2\text{GPa}$ ,  $\rho_0 = 1000\text{kg/m}^3$ , et  $c_0 = 1490\text{m/s}$ .

à des matériaux dont le module de compression est inférieur à celui de l'eau ( $< 2\text{ GPa}$ ) et dont la viscosité dynamique est supérieure à  $10^3\text{ Pa.s}$ .

### 3.2.3.2 Visco-élasticité non linéaire

Si le coefficient de viscosité dépend de la vitesse de déformation, on parle de viscosité non linéaire<sup>5</sup> [31][32]. Parmi les matériaux montrant ce type de comportement, on distingue les matériaux rhéo-épaississant (la viscosité augmente lorsque la vitesse de déformation augmente) et les matériaux rhéo-fluidifiant (la viscosité diminue lorsque la vitesse de déformation augmente).

En considérant le modèle rhéologique de Kelvin-Voigt (voir par exemple [26]) et en admettant une sollicitation mécanique sinusoïdale à la pulsation  $\omega$ , la relation contrainte-déformation s'écrit en notation complexe :

$$\sigma = K\epsilon + \eta\dot{\epsilon} = (K + i\omega\eta)\epsilon, \quad (3.5)$$

où  $K$  et  $\eta$  sont respectivement le module élastique et la viscosité dynamique.

Si l'élasticité et la viscosité sont non linéaires, à l'ordre 2 pour la loi de comportement, on peut écrire le module élastique effectif complexe :

$$K + i\omega\eta = K_0(1 - \beta\epsilon) + i\omega\eta_0(1 + \beta_\eta\dot{\epsilon}) = K_0(1 - \beta_{VE}\epsilon) + i\omega\eta_0, \quad (3.6)$$

$$\text{avec } \beta_{VE} = \beta + \frac{\eta_0\beta_\eta\omega^2}{K_0}, \quad (3.7)$$

5. Pour des fluides présentant ce comportement, on parle de fluides non newtoniens.

où  $K_0$ ,  $\eta_0$ ,  $\beta$  et  $\beta_\eta$  sont respectivement le module élastique linéaire, la viscosité dynamique linéaire, le coefficient de non-linéarité quadratique pour l'élasticité et le coefficient de non-linéarité quadratique pour la viscosité dynamique. Le paramètre  $\beta_{VE}$  est le paramètre de non-linéarité quadratique visco-élastique.

Le terme complexe  $i\omega\eta_0$  dans l'expression du module élastique obtenue représente un déphasage entre la contrainte et la déformation dû à la viscosité linéaire et est égal à  $\omega\eta_0/K_0$ , en radian. On constate dans l'équation 3.6 que les variations non linéaires du module élastique sont en compétition avec les variations non linéaires de la viscosité. Par conséquent, les variations mesurées du module élastique d'un matériau soumis à une contrainte oscillante harmonique ne peuvent plus être uniquement imputées à la non-linéarité élastique si le matériau possède une viscosité fortement non linéaire. En particulier, pour un matériau rhéo-fluidifiant (sa viscosité diminue lorsque la vitesse de déformation augmente,  $\beta_\eta < 0$ ), le signe de  $\beta_{VE}$  peut changer. Ce phénomène existe *a priori* pour les viscosités de cisaillement et de volume.

La dépendance de la viscosité à la vitesse de déformation pourrait donc expliquer pourquoi le paramètre de non-linéarité quadratique élastique  $\beta$  mesuré dans le verre à base de silicate (voir partie 3.45) et le miel (voir partie 3.44) possède un signe opposé aux valeurs mesurées dans la plupart des solides et des fluides [33][14]. En effet, des études rhéologiques ont montré des comportements visco-élastiques non linéaires dans le verre de silice [30] et certains liquides visqueux de texture proche du miel comme le chocolat au lait épais [31] et le ketchup.

### 3.2.4 Interactions mutuelles complexes entre onde sonde et onde pompe

Nous faisons, dans un premier temps, l'hypothèse que les impulsions ultrasonores « lisent » simplement les variations du module élastique induites par l'onde pompe. Néanmoins, dans certaines conditions de rapports d'amplitudes et de fréquences des ondes sonde et pompe, l'interaction mutuelle entre les deux ondes complexifie l'analyse de la mesure [34][35][36].

Pour obtenir un bon rapport signal sur bruit à la réception des impulsions ultrasonores, l'amplitude à l'émission des impulsions ultrasonores est réglée au maximum. Dans notre cas, l'amplitude maximale de la pression acoustique des impulsions ultrasonores mesurée dans l'eau vaut 500 kPa alors que l'amplitude de l'onde pompe basse-fréquence ne dépasse pas 60 kPa. Considérant un module élastique pour le tissu osseux de 10-15 GPa, les amplitudes de déformation des ondes basse-fréquence et ultrasonores sont de l'ordre de  $5.10^{-6}$  et  $5.10^{-5}$ , respectivement. Aussi, les amplitudes de déformation de l'onde pompe et de l'onde sonde sont du même ordre de grandeur. Cette situation complexifie l'analyse des mesures, car les interactions mutuelles entre les 2 ondes ne peuvent être négligées [36]. Par conséquent, l'hypothèse postulant que les impulsions ultrasonores « lisent » simplement les variations du module élastique induites par l'onde pompe peut être incorrecte dans certaines situations.

En calculant la relation contrainte-déformation dans un milieu dont la non-linéarité mécanique

est uniquement de type hystérétique quadratique, il est possible de reproduire notre situation expérimentale. Le module élastique peut alors s'exprimer comme :

$$K = K_0 (1 - \alpha(\Delta\epsilon + \epsilon \operatorname{sign}(\dot{\epsilon}))), \quad (3.8)$$

où  $\alpha$  est le paramètre non linéaire hystérétique et  $\Delta\epsilon$  est une excursion extrême vécue par le matériau, dépendant de l'histoire de la déformation [36][37].

Les variations du module élastique et des effets dissipatifs vues par les impulsions ultrasonores peuvent alors être calculées. La simulation a été réalisée pour une fréquence de l'onde pompe de 2900 Hz. 6 périodes basse-fréquence sont considérées et les impulsions ultrasonores, de fréquence centrale à 500 kHz, sont émises avec une cadence de tir de 50 kHz (figure 3.12). Les variations du module élastique et des effets dissipatifs, perçues par les impulsions ultrasonores, sont calculées à partir de la relation contrainte-déformation (figure 3.13). Pour chaque impulsion ultrasonore d'indice  $i$ , le décrément  $D_i = (W_i - W_0)/W_0$  et la variation relative du module élastique  $DM_i = (K_i - K_0)/K_0$  sont calculés.  $W_i$  et  $W_0$  sont respectivement l'énergie de l'impulsion d'indice  $i$  et l'énergie de l'impulsion de référence calculée sans non-linéarité élastique hystérétique, et  $K_i$  et  $K_0$  sont respectivement le module élastique moyenné pendant la durée de l'impulsion et le module élastique linéaire.

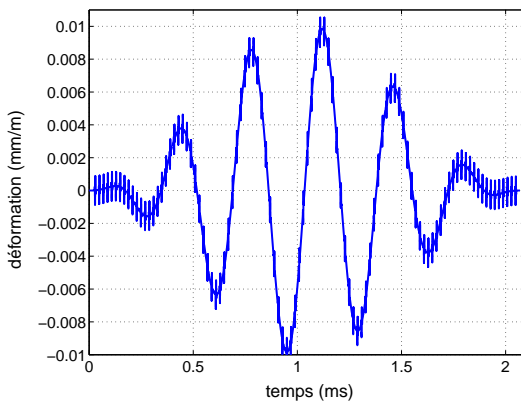


FIGURE 3.12 – Protocole de déformation imposé au milieu. L'onde basse-fréquence est constituée de 6 périodes à 2900 Hz et la fréquence centrale des impulsions ultrasonores est 500 kHz. Les impulsions ultrasonores sont émises à une cadence de tir de 50 kHz. Le rapport entre les amplitudes basse-fréquence et ultrasonore vaut 10.

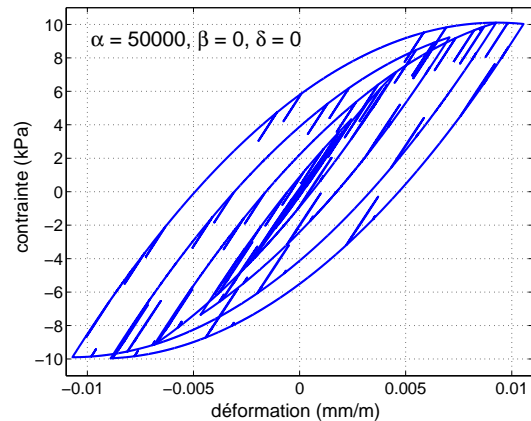


FIGURE 3.13 – Relation contrainte-déformation obtenue pour un protocole de déformation semblable à celui de la figure 3.12. Le paramètre non linéaire hystérétique  $\alpha$  est choisi exagérément élevé pour la lisibilité de la figure.

La transformée de Fourier des variations non linéaires élastiques et dissipatives vues par les impulsions ultrasonores, calculées en fonction du temps, permet une décomposition dans le domaine fréquentiel. On peut alors calculer la valeur moyenne (à la fréquence nulle) et les amplitudes aux ordres 1 (à la fréquence de l'onde pompe) et 2 (à la fréquence double de l'onde pompe) des phénomènes



non linéaires (figures 3.14 et 3.15).

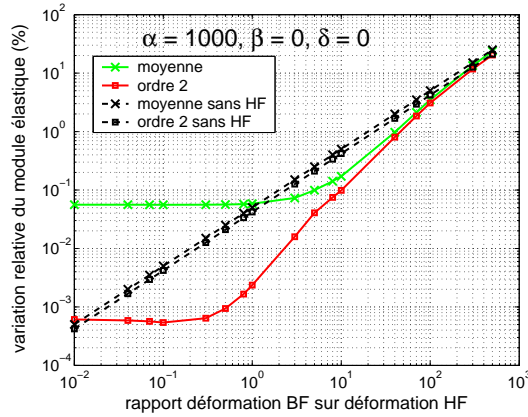


FIGURE 3.14 – Variations relatives du module élastique  $DM$  vues par les impulsions ultrasonores en fonction du rapport entre l’amplitude de déformation de l’onde basse-fréquence et l’amplitude de déformation des impulsions ultrasonores. L’amplitude de déformation des impulsions est fixée à  $10^{-6}$  et le paramètre  $\alpha$  vaut 1000. Les deux droites montrent les variations du module élastique effectivement créées par l’onde basse-fréquence en l’absence d’impulsions ultrasonores, lorsque l’amplitude en déformation de l’onde basse-fréquence varie de  $10^{-8}$  à  $10^{-3}$ .

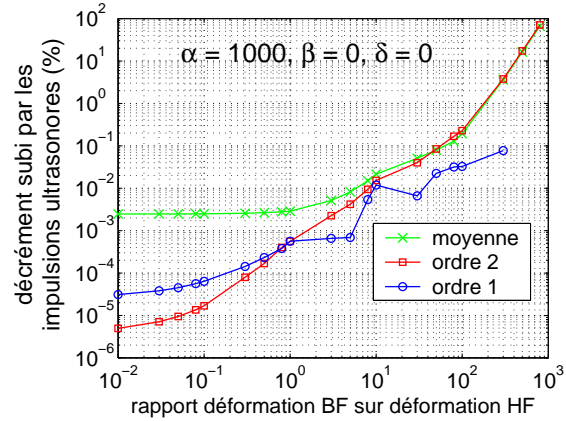


FIGURE 3.15 – Décrément  $D$  subi par les impulsions ultrasonores en fonction du rapport entre l’amplitude de déformation de l’onde basse-fréquence et l’amplitude de déformation des impulsions ultrasonores. L’amplitude de déformation des impulsions est fixée à  $10^{-6}$  et le paramètre  $\alpha$  vaut 1000.

On constate que les effets dissipatifs induits sur les impulsions ultrasonores deviennent importants ( $D > 0.1\%$ ) pour un rapport entre les amplitudes basse-fréquence et ultrasonore supérieur à 100 (figure 3.15).

Par ailleurs, une représentation des effets non linéaires élastiques ou dissipatifs directement en fonction de l’amplitude de l’onde pompe conduit à ce que nous appelons les diagrammes instantanés des effets non linéaires élastiques ou dissipatifs (figure 3.16). On constate que, pour un rapport entre les amplitudes de déformation basse-fréquence et ultrasonore supérieur à 100, les variations du module élastique lues par les impulsions ultrasonores sont très proches des variations réellement imposées par l’onde basse-fréquence. Pour un rapport inférieur à 100, les variations du module élastique lues par les impulsions ultrasonores sont d’amplitude inférieure et de forme différente des variations élastiques non linéaires réellement induites par l’onde basse-fréquence (figures 3.14 et 3.16). On vérifie en outre que le modèle donne des variations du module élastique constante et à l’ordre 2 dépendant du carré de l’amplitude de l’onde basse-fréquence (figure 3.14) [24].

Les résultats suggèrent que l’hypothèse selon laquelle les impulsions ultrasonores « lisent » sim-

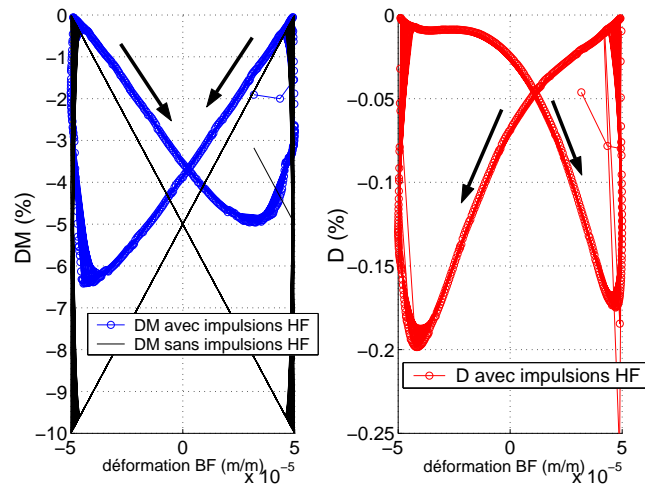


FIGURE 3.16 – Représentation instantanée des effets non linéaires élastiques (à gauche) et dissipatifs (à droite) vus par les impulsions ultrasonores en fonction de la déformation basse-fréquence instantanée pour un rapport entre les déformations basse-fréquence et ultrasonore égal à 50. Le coefficient non linéaire hystérétique  $\alpha$  vaut 1000. La variation relative du module élastique induite par l’onde basse-fréquence, calculée en l’absence des impulsions ultrasonores est représentée à gauche en trait continu.

plement les variations du module élastique induites par l’onde pompe n’est valable que si l’amplitude de l’onde pompe basse-fréquence est nettement supérieure (d’un facteur 100 au moins) à celle des impulsions sondes ultrasonores (figure 3.14). Néanmoins, le modèle utilisé pour ces calculs ne prend pas en compte la saturation des effets élastiques non linéaires hystérétiques qui apparaîtrait pour des déformations supérieures à  $10^{-6}$  [38].

Lors des expériences menées dans différents matériaux endommagés ou granulaires, l’amplitude de la pression basse-fréquence (onde pompe) varie entre 1 kPa et 60 kPa et l’amplitude de la pression ultrasonore (onde sonde) varie entre 10 kPa et 500 kPa. Malgré ce rapport entre les amplitudes basse-fréquence et ultrasonore de l’ordre de 1 ou inférieur, donc défavorable selon les résultats de la modélisation, ces effets d’interaction mutuelle n’ont pas été observés. En effet, des non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives ont été mesurées dans les matériaux fissurés. Par conséquent, les non-linéarités observées, et exposées dans la suite du document, ne sont vraisemblablement pas de type hystérétique quadratique.

### 3.3 Extraction des effets non linéaires élastiques et dissipatifs

A partir du signal numérique acquis par l’oscilloscope contenant les 1000 à 5000 impulsions ultrasonores transmises pour couvrir la durée de l’onde pompe basse-fréquence (avec environ 10 impulsions ultrasonores par période basse-fréquence), les variations du temps de vol et de l’amplitude

(et de l'énergie) de chaque impulsion ultrasonore sont calculées afin de mesurer les effets acoustiques non linéaires respectivement élastiques et dissipatifs.

### 3.3.1 Calcul de la modulation du temps de vol des impulsions ultrasonores

La méthode choisie pour mesurer la variation du temps de vol des impulsions ultrasonores est l'intercorrrelation couplée à l'interpolation parabolique du maximum de l'intercorrrelation. La figure 3.17 représente une impulsion ultrasonore typiquement mesurée par le transducteur ultrasonore et la figure 3.18 montre la forme typique de la fonction d'intercorrrelation entre deux impulsions ultrasonores. Cette technique est très robuste dans le cas où le rapport entre la fréquence d'échantillonnage et la fréquence centrale de l'impulsion ultrasonore est supérieur à 10 [39]. Elle suppose que le profil du maximum de la courbe d'intercorrrelation est parabolique, calcule la formule analytique de la parabole passant par le maximum et les deux points adjacents et donne une valeur plus précise de l'abscisse temporelle du maximum. Un biais est induit car le profil n'est jamais parfaitement parabolique. Néanmoins ce biais devient négligeable lorsque la fréquence d'échantillonnage est plus de 10 fois supérieure à la fréquence centrale de l'impulsion. Nous nous placerons toujours dans cette situation pour les mesures. En outre, lorsque les signaux ultrasonores sont faibles et bruités à la réception (après avoir traversé un milieu très atténuant comme l'os trabéculaire), augmenter le nombre de périodes de l'impulsion peut diminuer le niveau de bruit mesuré sur le temps de vol.

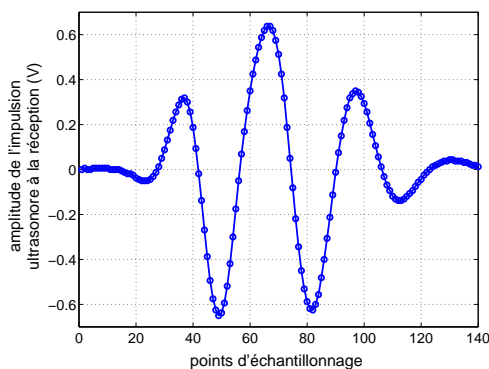


FIGURE 3.17 – Impulsion ultrasonore typiquement mesurée par le transducteur récepteur. La fréquence centrale de l'impulsion vaut 600 kHz et la fréquence d'échantillonnage 25 MHz.

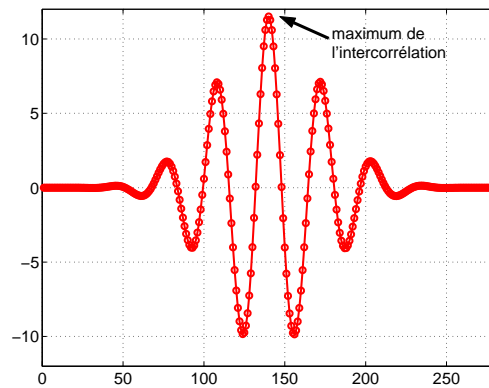


FIGURE 3.18 – Intercorrrelation entre deux impulsions ultrasonores de fréquence centrale à 600 kHz, échantillonnée à 25 MHz. Les trois points du maximum de l'intercorrrelation sont utilisés pour l'interpolation parabolique.

L'interpolation par reconstruction avec convolution du signal par un sinus cardinal, dite *interpolation sinc*<sup>6</sup>, permet de sur-échantillonner sans biais un signal discret [39][40]. Aussi, une impulsion

6. Un programme en libre accès, utilisable avec Matlab, est disponible sur internet à l'adresse

de fréquence centrale égale à 500 kHz, échantillonnée à 10 MHz, peut être reconstruite avec une fréquence d'échantillonnage 1000 fois supérieure. Néanmoins cette méthode est coûteuse en temps de calcul et le gain de précision est très faible dans notre cas. L'interpolation parabolique a donc été employée dans l'ensemble des mesures.

Ainsi, la variation du temps de vol de l'impulsion ultrasonore d'indice  $i + 1$ , notée TOFM(i), est obtenue à partir de l'intercorrélation entre la première impulsion, dite impulsion de référence (car elle n'a pas subi d'interaction avec l'onde basse-fréquence), et l'impulsion d'indice  $i + 1$  (figure 3.19). La variation du temps de vol ultrasonore TOFM(i) est directement donnée par l'abscisse temporelle du maximum de l'intercorrélation obtenue par l'interpolation parabolique. En opérant de cette façon pour l'ensemble des 1000 à 5000 impulsions ultrasonores transmises pour couvrir la durée de l'onde basse-fréquence, on obtient la modulation du temps de vol ultrasonore en fonction du temps.

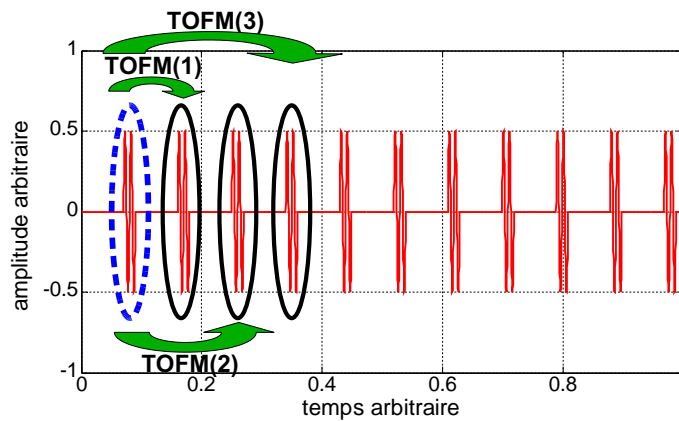


FIGURE 3.19 – Illustration du calcul de la modulation de temps de vol des impulsions ultrasonores (TOFM). La première impulsion ultrasonore (entourée en trait bleu pointillé) sert de référence. La modulation du temps de vol ultrasonore est calculée à partir de l'intercorrélation entre la première impulsion et les impulsions suivantes.

### 3.3.2 Calcul de la modulation de l'amplitude et de l'énergie des impulsions ultrasonores

Les effets dissipatifs non linéaires sont mesurés en calculant les variations relatives de l'amplitude ou de l'énergie des impulsions ultrasonores dans le domaine temporel ou dans le domaine fréquentiel à partir de l'amplitude maximale du spectre (calculé par une transformée de Fourier discrète rapide, dite FFT) de l'impulsion ou de son énergie dans une bande de fréquence autour de la fréquence centrale (figure 3.20).

Par la suite, les variations relatives d'amplitude et d'énergie, calculées dans le domaine fréquentiel, seront notées respectivement RAM (Relative Amplitude Modulation) et REM (Relative Energy

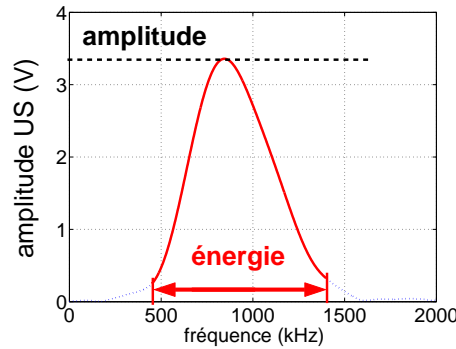


FIGURE 3.20 – Illustration du calcul de l'amplitude et de l'énergie d'une impulsion ultrasonore.

Modulation) et exprimées en %. La variation relative de l'amplitude de l'impulsion d'indice  $i$  est définie par  $RAM(i)$  :  $[Ampl(i) - Ampl(1)] / Ampl(1) \times 100$ , où  $Ampl(1)$  est l'amplitude de référence de la première impulsion n'ayant pas subi de perturbation basse-fréquence. La REM est définie de la même façon.

En outre, une analyse plus précise du phénomène peut être mise en œuvre en calculant la variation de la fonction de transfert du milieu dans la bande fréquentielle couverte par l'impulsion ultrasonore. Ainsi, la modulation de l'amplitude des impulsions ultrasonores peut être observée à une fréquence donnée, contenue dans le spectre de l'impulsion ultrasonore. L'évolution de la fonction de transfert en fonction de la pression de l'onde pompe peut mettre en évidence des phénomènes de diffusion thermo-élastique, dits de transparence induite ou d'absorption induite.

Lorsqu'un facteur 2 est observé entre les effets dissipatifs calculés sur l'énergie et l'amplitude du maximum du spectre, cela signifie que toutes les fréquences contenues dans le spectre de l'impulsion ultrasonore sont atténuées avec la même importance. Dans le cas contraire, certaines fréquences sont plus atténuées que d'autres, les effets dissipatifs non linéaires sont alors dispersifs.

### 3.3.3 Correction de l'erreur sur la fréquence de tir des impulsions ultrasonores

La fréquence de tir des impulsions ultrasonores est choisie telle que la fréquence d'échantillonnage de l'oscilloscope soit un multiple de la fréquence de tir, par exemple 50 MHz et 25 kHz. De cette façon, une troncature simple d'un nombre de points entier fixé permet d'extraire chaque impulsion ultrasonore pour le calcul numérique des modulations de temps de vol (TOFM) et d'amplitude (RAM). Cependant, la cadence de tir réellement délivrée par le générateur de signaux arbitraires<sup>7</sup> n'est jamais parfaitement égale à la valeur commandée. Elle vaut par exemple 24.999999999 kHz, au lieu de 25 kHz comme affiché sur l'écran de la façade du générateur de signaux. Il en est de même pour la

7. Deux générateurs de signaux arbitraires Tektronix AFG 3102 sont utilisés dans le dispositif expérimental.

fréquence d'échantillonnage affichée et réellement donnée par l'oscilloscope. Dans ce cas, après avoir sectionné le signal acquis par l'oscilloscope en autant de fenêtres qu'il y a d'impulsions ultrasonores, on constate que l'impulsion se décale très légèrement dans la fenêtre. Comme la fréquence réellement fournie par le générateur de signaux est généralement inférieure à la valeur commandée, lorsque la modulation du temps de vol est calculée en fonction du temps sans émettre l'onde basse-fréquence (donc sans effets non linéaires), on mesure une pente de coefficient directeur positif sur la fonction temporelle TOFM(t). Cette erreur sur la fréquence de tir peut être mesurée et ce décalage artificiel des impulsions peut être corrigé. En effet, après passage dans le domaine fréquentiel (par une transformée de Fourier discrète), le signal de chaque impulsion ultrasonore est multiplié par le terme  $e^{-j\omega T}$ , où  $T$  est le retard ou l'avance à appliquer à l'impulsion. Enfin, on obtient l'impulsion recalée dans le domaine temporel en effectuant une transformée de Fourier inverse.

### 3.3.4 Niveau de bruit de la chaîne de mesure

Dans l'eau, le rapport signal sur bruit des impulsions ultrasonores est excellent. Dans ce cas, l'amplitude du bruit mesuré sur le temps de vol des impulsions ultrasonores est de l'ordre de 0.1 ns (figure 3.21) et l'amplitude du bruit mesuré sur l'amplitude des impulsions est de l'ordre de 0.1% (figure 3.22). Le bruit sur la phase et l'amplitude des impulsions ultrasonores est d'origine électronique. Cependant lorsque le milieu sondé est très atténuant (cas de l'os trabéculaire), le niveau de bruit sur les modulations du temps de vol et de l'amplitude des impulsions ultrasonores peut augmenter d'un ordre de grandeur. Cette situation peut être légèrement améliorée en augmentant le nombre de périodes de l'impulsion, par exemple en passant à 5 périodes ultrasonores, permettant ainsi d'améliorer l'intercorrélacion. De plus, la synchronisation des émissions de l'onde pompe basse-fréquence et de l'onde sonde ultrasonore permet de moyenner les signaux acquis par l'oscilloscope pour diminuer le niveau de bruit.

## 3.4 Analyses des effets non linéaires élastiques et dissipatifs

L'objectif *in fine* est la mesure quantitative et qualitative des effets acoustiques non linéaires élastiques et dissipatifs en fonction de la pression acoustique basse-fréquence. Ces relations, une fois obtenues, permettent de calculer des coefficients de non-linéarité acoustique du matériau sondé. Le dispositif expérimental donne accès à la mesure de **trois paramètres physiques en fonction du temps** : la **pression acoustique basse-fréquence**, les **modulations du temps de vol (TOFM)** et de l'**amplitude (RAM ou REM pour l'énergie)** des impulsions ultrasonores. A partir de ces trois fonctions temporelles, deux analyses sont possibles : l'**analyse fréquentielle** et l'**analyse instantanée**. L'analyse fréquentielle consiste à calculer le spectre de fréquence des trois fonctions temporelles afin de décomposer les comportements en une valeur moyenne et des amplitudes

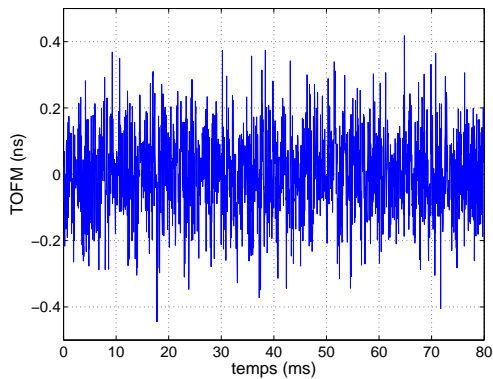


FIGURE 3.21 – Bruit mesuré sur le temps de vol de 5000 impulsions ultrasonores émises dans l'eau à une fréquence de tir de 20 kHz. L'onde pompe n'est pas émise.

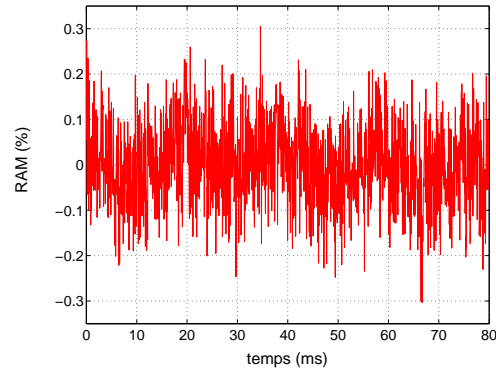


FIGURE 3.22 – Bruit mesuré sur l'amplitude de 5000 impulsions ultrasonores émises dans l'eau à une fréquence de tir de 20 kHz. L'amplitude est mesurée par le maximum du spectre de fréquence de l'impulsion. L'onde pompe n'est pas émise.

aux fréquences fondamentale (modulations d'ordre 1) et double (modulations d'ordre 2) de l'onde basse-fréquence. L'analyse instantanée aboutit à deux diagrammes représentant directement les modulations temporelles de temps de vol et d'amplitude (ou d'énergie) des impulsions ultrasonores en fonction de la variation temporelle de la pression basse-fréquence.

### 3.4.1 Mesures par variation dynamique ou quasi-statique de l'amplitude de l'onde basse-fréquence

Les phénomènes acoustiques non linéaires seront mesurés en fonction de l'amplitude de la pression basse-fréquence croissante et décroissante afin d'observer une éventuelle hystérésis. Toutefois ce résultat peut être obtenu de deux façons différentes :

- **par variation quasi-statique** : en augmentant et en diminuant progressivement l'amplitude maximale du train d'onde basse-fréquence et en réalisant autant de mesures que de pas d'amplitude basse-fréquence nécessaires. L'analyse est alors réalisée dans une fenêtre temporelle où l'amplitude basse-fréquence est maximale (correspondant typiquement à 10 périodes basse-fréquence où l'amplitude est stabilisée), pour chaque niveau de l'onde basse-fréquence (figure 3.23, A),
- **par variation dynamique** : en ne réalisant qu'une seule mesure avec une onde basse-fréquence d'amplitude maximale et en analysant les effets non linéaires acoustiques dans une fenêtre temporelle glissante (de largeur typiquement égale à 5 à 10 périodes basse-fréquence) se déplaçant pendant la phase montante de l'onde basse-fréquence jusqu'au maximum, puis dans la phase descendante (figure 3.23, B).



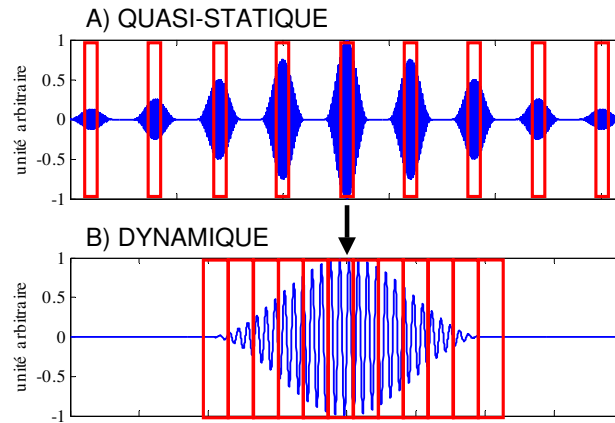


FIGURE 3.23 – Représentation schématique des approches expérimentales : A) quasi-statique et B) dynamique. Pour une variation quasi-statique de l'amplitude de l'onde basse-fréquence, les effets non linéaires acoustiques sont mesurés dans une fenêtre temporelle où l'amplitude de l'onde basse-fréquence est maximale. La mesure est répétée avec une amplitude maximale de la pression basse-fréquence croissante puis décroissante. L'analyse avec une variation dynamique de l'amplitude de pression basse-fréquence est réalisée à partir d'une seule mesure où l'amplitude de l'onde basse-fréquence est réglée au maximum. La mesure des effets non linéaires acoustiques est effectuée dans une fenêtre temporelle glissante.

Dans les solides et les fluides homogènes, ces deux approches donnent des résultats identiques. Néanmoins, dans les milieux endommagés et granulaires, une hystérésis peut apparaître entre les phases d'augmentation et de diminution de l'amplitude de l'onde acoustique basse-fréquence, comme dans un milieu constitué de billes de verre saturé en eau (voir partie 3.5.6).

### 3.4.2 Analyse fréquentielle

Les figures 3.24, 3.25 et 3.27 présentent respectivement l'onde pompe générée à 4280 Hz, la modulation de temps de vol ultrasonore (TOFM) induite et la modulation de l'amplitude (RAM) des impulsions ultrasonores mesurées dans l'eau. Notons qu'aucune modulation d'amplitude des ondes sondes n'est mesurée, en effet les phénomènes non linéaires dissipatifs n'existent pas dans l'eau. Cette mesure permet néanmoins de constater que les transducteurs ultrasonores sont solidement maintenus car le niveau de bruit mesuré sans onde pompe (figure 3.22) est similaire à la mesure réalisée avec l'onde pompe (figure 3.27).

Les amplitudes de l'onde pompe et de TOFM pourraient être simplement mesurées dans le domaine temporel. Néanmoins, cette quantification peut être faussée par le bruit (si aucun filtrage n'est appliqué) et ne permet pas de mesurer la distorsion harmonique de la forme d'onde basse-fréquence. C'est pourquoi les amplitudes des modulations sont mesurées dans le domaine fréquentiel après une transformation de Fourier discrète. Sur chacun des spectres de fréquence de la pression acoustique

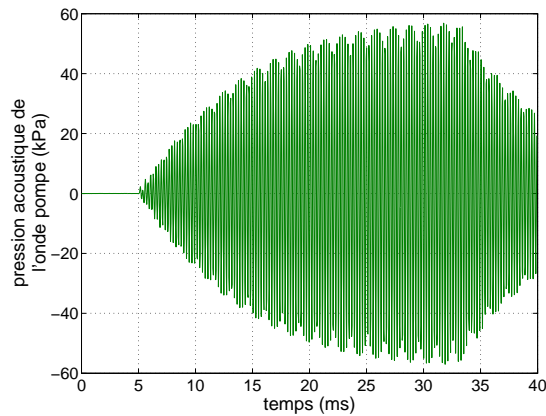


FIGURE 3.24 – Onde pompe générée dans l’eau dans la zone d’interaction (3 cm devant le piston BF) par un piston résonnant à 4280 Hz.

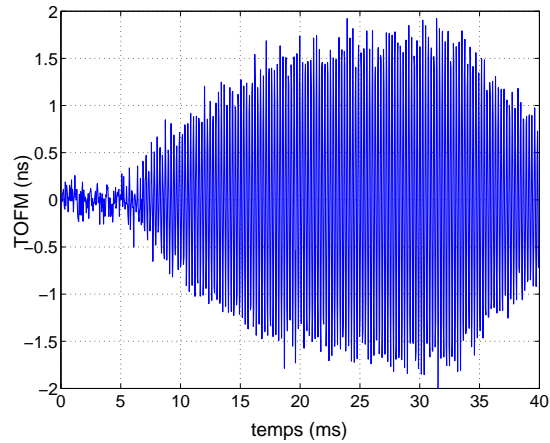


FIGURE 3.25 – TOFM mesuré dans l’eau, induit par l’onde pompe présentée par la figure 3.24. La distance entre les transducteurs ultrasonores vaut 5 cm.

basse-fréquence, de la modulation du temps de vol ultrasonore et de la modulation de l’amplitude des impulsions ultrasonores, on relève trois valeurs :

- la valeur moyenne ou constante (à la fréquence nulle),
- l’amplitude à la fréquence fondamentale de l’onde pompe basse-fréquence (modulation à l’ordre 1),
- l’amplitude à la fréquence double de la fréquence de l’onde pompe basse-fréquence (modulation à l’ordre 2).

Pour le cas d’une analyse par variation dynamique de l’amplitude de l’onde pompe dans l’eau, la figure 3.26 présente le spectre de fréquence de la pression acoustique basse-fréquence et de la variation du temps de vol ultrasonore. Les figures 3.30, 3.28 et 3.29 montrent la mesure des trois grandeurs fréquentielles respectivement pour la pression basse-fréquence, pour la modulation du temps de vol ultrasonore et pour la modulation de l’amplitude des impulsions ultrasonores, à partir des fonctions temporelles représentées par les figures 3.24, 3.25 et 3.27.

Pour le cas d’une mesure dans l’eau, l’analyse fréquentielle montre à nouveau que les effets non linéaires dissipatifs sont inexistantes (figure 3.29). La figure 3.30 représente l’amplitude à l’harmonique 2 et la valeur moyenne mesurée sur l’onde acoustique basse-fréquence.

De plus, lorsque l’interaction non linéaire se produit dans l’eau, on constate que le temps de vol ultrasonore est modulé uniquement à la fréquence fondamentale de l’onde pompe basse-fréquence (modulation d’ordre 1, voir figure 3.26) et que l’amplitude de cette modulation augmente linéairement avec l’amplitude de l’onde basse-fréquence à sa fréquence fondamentale (figure 3.28). Nous verrons par la suite que le coefficient directeur de cette relation est proportionnel au paramètre de non-linéarité acoustique quadratique, noté  $\beta$  (voir partie 3.4.4). La droite en trait continu rouge sur la figure 3.28 montre l’amplitude de la modulation de temps de vol ultrasonore théoriquement obtenue

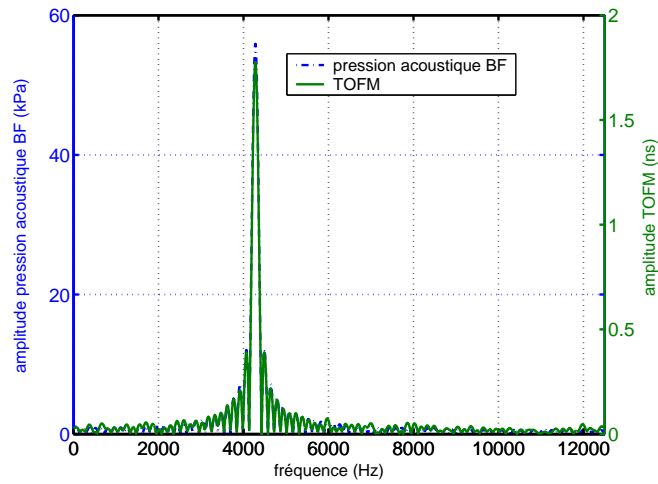


FIGURE 3.26 – Spectre de fréquence de la pression acoustique basse-fréquence et de la variation du temps de vol ultrasonore pour une mesure dans l'eau. La fréquence de l'onde pompe vaut 4280 Hz. La modulation du temps de vol ultrasonore induite se produit également à 4280 Hz (modulation d'ordre 1).

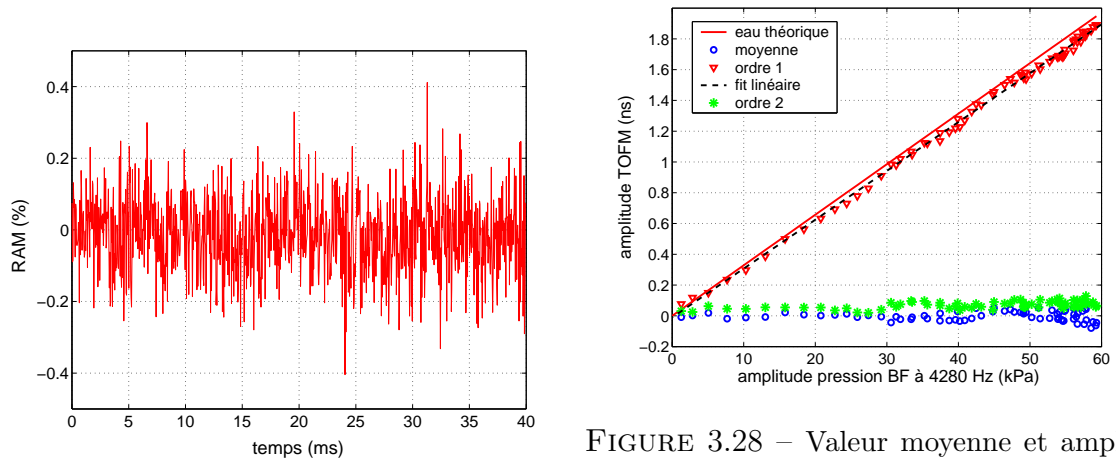


FIGURE 3.27 – Modulation d'amplitude des impulsions ultrasonores mesurée dans l'eau.

FIGURE 3.28 – Valeur moyenne et amplitudes de TOFM à l'ordre 1 et 2 mesurées dans l'eau en fonction de l'amplitude de l'onde pompe à la fréquence fondamentale (4280 Hz).

avec la valeur de référence du paramètre de non-linéarité acoustique quadratique.

### 3.4.3 Analyse instantanée

A partir des mesures dans l'eau exposées dans les figures 3.24 et 3.25, la figure 3.31 représente la pression acoustique basse-fréquence et la modulation du temps de vol ultrasonore sur le même axe de temps, dans une fenêtre temporelle de 4 ms lorsque l'amplitude de l'onde pompe est maximale.

Pour le cas d'une mesure dans l'eau, on constate que la modulation du temps de vol ultrasonore est en opposition de phase avec la pression acoustique basse-fréquence (figure 3.31). En effet, comme mentionné dans le chapitre 2 (partie 2.1.3.1), dans les fluides courants, la vitesse de propagation

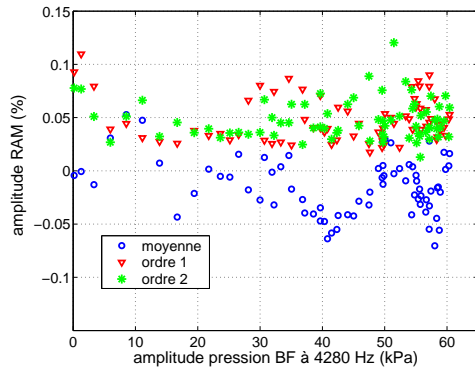


FIGURE 3.29 – Moyenne, ordres 1 et 2 de la modulation d’amplitude des impulsions ultrasonores mesurée dans l’eau.

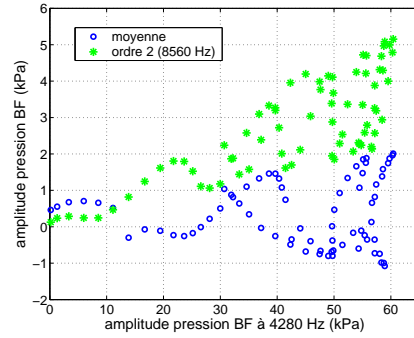


FIGURE 3.30 – Amplitude de l’harmonique 2 et de la valeur moyenne générée par le disque rayonnant l’onde pompe. Le rapport entre les amplitudes du fondamental et de l’harmonique 2 est légèrement supérieur à 10, soit un niveau de distortion harmonique de 25 dB en amplitude.

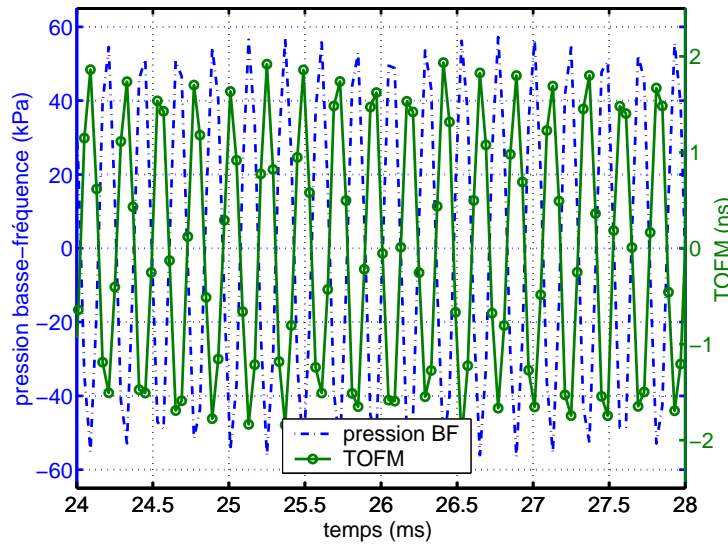


FIGURE 3.31 – Pression acoustique basse-fréquence et modulation du temps de vol ultrasonore obtenue mesurées en fonction du temps dans l’eau.

acoustique augmente (donc le temps de vol diminue) lorsque la pression hydrostatique dans le fluide augmente (correspondant à une pression acoustique basse-fréquence positive), et inversement si la pression hydrostatique diminue.

Disposant des mesures temporelles de la pression acoustique basse-fréquence et des modulations du temps de vol et de l’amplitude des impulsions ultrasonores, deux diagrammes, dits diagrammes instantanés, peuvent être tracés représentant :

- la modulation instantanée du temps de vol ultrasonore en fonction de la pression acoustique basse-fréquence instantanée (figure 3.32),
- la modulation instantanée de l’amplitude (ou de l’énergie) des impulsions ultrasonores en fonc-

tion de la pression acoustique basse-fréquence instantanée (figure 3.33).

On obtient ainsi les « signatures instantanées » des effets acoustiques non linéaires élastiques et dissipatifs. Les notions de temps et de fréquence disparaissent, on aboutit à deux relations qui caractérisent les non-linéarités élastique et dissipative du milieu sondé :  $TOFM = f(\text{pression})$  et  $RAM = f(\text{pression})$ .

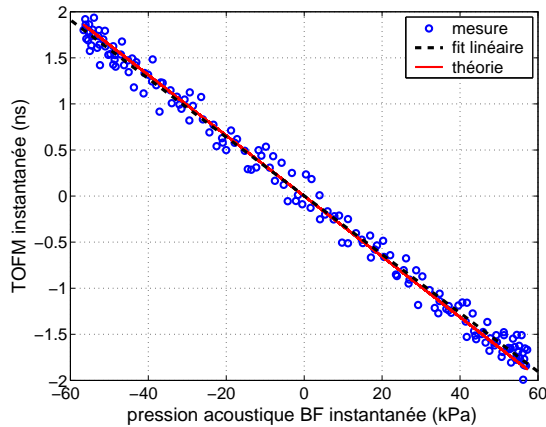


FIGURE 3.32 – Modulation de temps de vol ultrasonore instantanée en fonction de la pression acoustique basse-fréquence dans l’eau. Aucune hystérésis n’est mesurée car les effets visco-élastiques sont trop faibles dans l’eau.

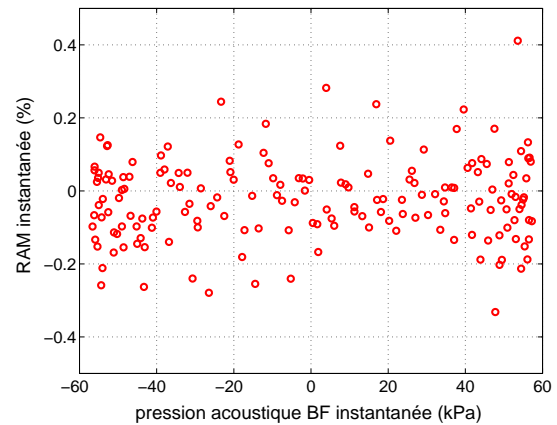


FIGURE 3.33 – Modulation d’amplitude instantanée des impulsions ultrasonores en fonction de la pression acoustique basse-fréquence dans l’eau.

Pour le cas de l’eau, la modulation du temps de vol ultrasonore est en opposition de phase avec la pression acoustique basse-fréquence, c’est pourquoi dans le diagramme instantané 3.32 on observe une droite de coefficient directeur négatif. Le diagramme instantané 3.33, concernant la modulation d’amplitude des impulsions ultrasonores dans l’eau, ne montre que du bruit.

D’autre part, pour des matériaux présentant de forts effets visco-élastiques linéaires, le déphasage induit entre la TOFM instantanée et la pression acoustique basse-fréquence instantanée peut être calculé par la méthode graphique, dite de Lissajous, présentée au paragraphe 3.2.3.1.

Les analyses fréquentielle et instantanée fournissent les même valeurs de paramètres de non-linéarités acoustiques (voir partie 3.4.4). En outre, l’analyse fréquentielle permet une étude simplifiée par rapport à l’analyse instantanée en ce sens qu’elle décompose dans le domaine fréquentiel les effets non linéaires mesurés en fonction du temps (figures 3.25 et 3.27). De fait, la décomposition fréquentielle ne permet plus de visualiser d’éventuels comportements différents en traction hydrostatique (pression acoustique basse-fréquence négative) et en compression hydrostatique (pression acoustique basse-fréquence positive), ou une éventuelle hystérésis dynamique.

D’autre part, l’analyse fréquentielle nécessite une distorsion harmonique faible de l’onde pompe pour

exploiter les phénomènes non linéaires d'ordre 2 (à la fréquence double de celle de l'onde basse-fréquence). En effet, tout le spectre de l'onde pompe est transféré sur la modulation du temps de vol par l'effet non linéaire classique quadratique lié au paramètre  $\beta$  (voir partie 3.4.4). Au contraire, l'analyse instantanée est moins perturbée par la distorsion harmonique de l'onde pompe, car elle associe une variation instantanée de temps de vol et de l'amplitude ultrasonore pour chaque valeur instantanée de la pression basse-fréquence. De plus, l'analyse instantanée ne nécessite pas d'émettre 8 à 10 impulsions ultrasonores par période basse-fréquence, indispensable à l'analyse fréquentielle pour éviter le repliement de spectre de modulations d'ordre supérieur à 1, en respectant la condition de Shannon [19]. En effet, un rapport non-fractionnaire entre la cadence de tir des impulsions ultrasonores et la fréquence de l'onde pompe permet, sur plusieurs périodes basse-fréquence, de balayer toute la gamme de pression entre -60 kPa et 60 kPa.

### 3.4.4 Calcul du paramètre de non-linéarité acoustique élastique quadratique $\beta$ dans un fluide

La caractérisation quantitative et qualitative des effets non linéaires acoustiques passe par le calcul de paramètres de non-linéarité acoustique. Ces paramètres permettent de comparer différents matériaux ou de suivre l'évolution des non-linéarités acoustiques produites par un échantillon, par exemple lorsque celui-ci subit un endommagement progressif.

#### 3.4.4.1 Principe de la mesure du paramètre $\beta$

Considérons tout d'abord le cas où la zone d'interaction entre les faisceaux acoustiques basse-fréquence et ultrasonore est constituée d'un fluide. La relation 3.3 relie la modulation du temps de vol ultrasonore à la pression acoustique basse-fréquence en prenant en compte les non-linéarités élastiques quadratique, reliée au paramètre non linéaire quadratique<sup>8</sup>  $\beta$ , et cubique, reliée au paramètre non linéaire cubique  $\delta$ .

Néanmoins, le paramètre non linéaire cubique  $\delta$  est de l'ordre de  $\beta^2$  dans les fluides et les solides homogènes, non endommagés [41]. Dans le cas d'une mesure dans l'eau avec une distance de propagation de 5 cm, une amplitude de pression acoustique de l'onde pompe de 60 kPa, le terme de non-linéarité quadratique produit une modulation de temps de vol ultrasonore de l'ordre de 2 ns, alors que le terme de non-linéarité cubique est responsable d'une variation de temps de vol inférieure à la picoseconde. Par conséquent, les effets non linéaires élastiques cubiques des fluides et des solides homogènes ne pourront pas être mesurés par cette méthode expérimentale puisque le bruit de mesure

---

8. Le paramètre de non-linéarité acoustique quadratique  $\beta$  est souvent défini en prenant en compte l'effet de convection de l'équation d'Euler qui ne peut être négligé dans le cas d'interactions d'ondes colinéaires dans les fluides et les solides homogènes non endommagés [21]. Dans notre situation, les ondes basse-fréquence et ultrasonore se propagent dans des directions perpendiculaires, les effets de convection sont nuls et  $\beta$  est uniquement relié à l'effet acousto-élastique.

est de l'ordre de 0.1 ns. Le terme lié à la non-linéarité élastique cubique ne sera donc pas considéré pour les fluides et solides homogènes non endommagés. Dans ce cas, l'équation 3.3 devient :

$$TOFM_{sonde} = -\frac{L}{2\rho_0 c_0^3} \beta p_{pompe}. \quad (3.9)$$

#### 3.4.4.2 Correction temporelle liée à la non-stationnarité de l'amplitude basse-fréquence pendant la durée de propagation ultrasonore

Compte tenu du temps de vol ultrasonore typiquement compris entre 15 et 50  $\mu s$ , l'amplitude de l'onde pompe a le temps de varier légèrement pendant le temps de propagation des impulsions ultrasonores, une correction doit donc être apportée. En effet, pour faire correspondre à chaque impulsion ultrasonore une valeur moyenne de pression basse-fréquence, il est nécessaire de moyenner rétrospectivement la pression de l'onde pompe mesurée par l'hydrophone sur une durée égale au temps de vol ultrasonore. Ainsi, pour chaque impulsion ultrasonore, la pression basse-fréquence est moyennée entre l'abscisse temporelle de l'impulsion et l'instant situé un temps de vol auparavant. Ce moyennage crée une légère modulation de l'amplitude de l'onde pompe (figure 3.24). Cette modulation d'amplitude est d'ailleurs mesurée sur la modulation du temps de vol ultrasonore (figure 3.31). A l'instar d'un filtrage, ce traitement induit donc un retard égal à un demi temps de vol ultrasonore à la pression acoustique basse-fréquence qui assure la synchronisation des effets non linéaires élastiques et dissipatifs avec la pression acoustique basse-fréquence mesurée par l'hydrophone.

Ce moyennage de l'onde pompe est une correction équivalente à celle apportée par la directivité paramétrique introduite pour la modélisation de la réception paramétrique [5]. Dans le cas d'une interaction entre deux ondes acoustiques se propageant dans des directions perpendiculaires, la directivité paramétrique est donnée par  $D_{\pi/2} = \text{sinc}\left(\frac{k_{LF}L}{2}\right)$ , où  $k_{LF}$  est le vecteur d'onde basse-fréquence et  $L$  est la distance d'interaction entre les deux ondes [5]. En substance, cette correction traduit, par exemple, que les effets non linéaires mesurés deviennent nuls lorsque le temps de propagation de l'onde sonde ultrasonore est égal à la période de l'onde pompe basse-fréquence. En effet, dans ce cas, les ultrasons sont accélérés pendant la demi-période basse-fréquence, où la pression acoustique est positive, puis décélérés pendant la demi-période basse-fréquence suivante, où la pression acoustique est négative. Finalement, au cours d'une période basse-fréquence et si l'onde pompe est parfaitement sinusoïdale, l'onde sonde ultrasonore est autant accélérée que décélérée.

#### 3.4.4.3 Correction spatiale due à la forme non-plane du champ de pression basse-fréquence sur le chemin de propagation ultrasonore

L'onde pompe basse-fréquence ne peut pas être considérée comme une onde plane. En effet, les effets de diffraction produisent un front d'onde de forme sphérique. Aussi, l'amplitude du champ de pression basse-fréquence n'est pas constante sur le chemin de propagation des impulsions ultrasonores.



Cette courbure peut être corrigée en introduisant un facteur de correction  $F_{radial}$  dans la relation 3.9. La modulation de temps de vol des impulsions ultrasonores est alors donnée par l'expression :

$$TOFM(t) = -\frac{\beta L}{2\rho_0 c_0^3} p_{pompe}(t) F_{radial}, \quad (3.10)$$

où  $F_{radial}$  est le coefficient compensant le profil radial du champ de pression basse-fréquence.  $F_{radial}$  est défini par :  $\frac{1}{L/2} \int_0^{L/2} Prof_{pompe}(x) dx$ , où  $Prof_{pompe}(x)$  est le profil radial normalisé du champ de pression basse-fréquence sur le chemin de propagation ultrasonore. Ce coefficient est positif et inférieur à 1. Il vaudrait 1 si l'amplitude de l'onde pompe était constante tout au long du chemin de propagation ultrasonore. La figure 3.35 montre le champ de pression radial mesuré et normalisé pour le piston résonnant autour de 4200 Hz, la figure 3.34 présente le champ de pression axial rayonné par ce même piston.

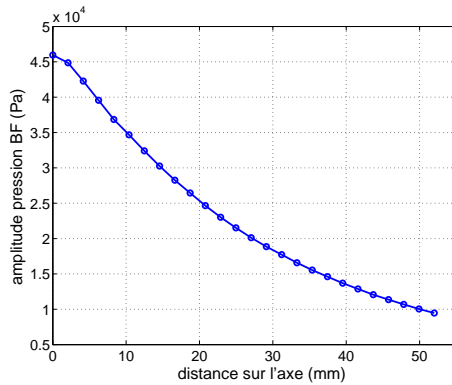


FIGURE 3.34 – Mesure du champ de pression basse-fréquence axial émis par un disque de diamètre 14 cm et d'épaisseur 1 cm, résonnant à 4200 Hz.

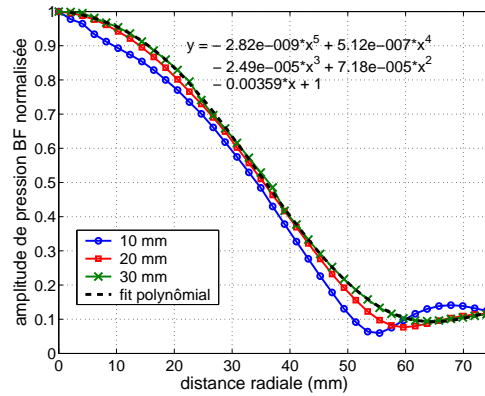


FIGURE 3.35 – Champ de pression basse-fréquence radial émis par le disque résonnant à 4200 Hz. La mesure a été réalisée à 10 mm, 20 mm et 30 mm du disque rayonnant, sur son axe. Une régression polynômiale d'ordre 5 est réalisée sur la courbe mesurée à 30 mm pour effectuer la correction.

Ce profil radial n'est pas mesuré à chaque expérience, l'expression de  $Prof_{pompe}(x)$  est obtenue à partir d'une régression polynômiale (normalisée par la valeur maximale) du champ de pression mesuré dans la direction radiale à 3 cm devant le disque. Dans le cas où le piston résonnant à 4200 Hz est utilisé, le coefficient  $F_{radial}$  vaut 0.91 lorsque les transducteurs ultrasonores sont espacés de 50 mm et placés à 3 cm sous le piston basse-fréquence (figure 3.35).

Compte tenu de l'expression 3.10, l'incertitude de la mesure du paramètre  $\beta$  est de l'ordre de 6%.

### 3.4.5 Calcul des paramètres de non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives pour un échantillon en insertion

Dans la mesure où les effets acoustiques non linéaires sont cumulatifs sur le chemin de propagation des impulsions ultrasonores, il est possible d'insérer un échantillon dans la zone d'interaction et de calculer les effets non linéaires acoustiques élastiques créés par l'échantillon en soustrayant les effets imputés à l'eau qui sépare l'échantillon des transducteurs ultrasonores. Si des effets non linéaires dissipatifs sont mesurés, ils sont tous imputables à l'échantillon puisque l'eau ne crée pas de tels effets. En effet, on peut écrire :

$$\begin{aligned} TOFM_{total} &= TOFM_{eau} + TOFM_{échantillon}, \\ RAM_{total} &= RAM_{échantillon}. \end{aligned}$$

#### 3.4.5.1 Calcul du paramètre de non-linéarité acoustique élastique quadratique $\beta$ d'un échantillon en insertion

Une méthode par substitution permet une mesure du paramètre non linéaire quadratique  $\beta$  d'un échantillon placé dans la zone d'interaction des faisceaux acoustiques basse-fréquence et ultrasonore. Elle consiste à réaliser une mesure sans l'échantillon, où seule l'eau est responsable des effets non linéaires mesurés, puis une mesure avec l'échantillon, où les effets non linéaires observés sont la somme des effets dus à l'eau et des effets créés par l'échantillon. Le paramètre  $\beta$  est alors donné par la relation [24] :

$$\begin{aligned} \beta_{échantillon} &= \frac{\beta_{eau}^{référence} L F_{radial}}{\rho_{eau} c_{eau}^3} \times \frac{\rho_{échantillon} c_{échantillon}^3}{L_{échantillon} F_{radial\ éch} T_{eau/échantillon}} \times \\ &\quad \left( \frac{\partial TOFM}{\partial p_{BF}} \Big|_{avec\ échantillon} - \frac{L F_{radial} - L_{échantillon} F_{radial\ éch}}{L F_{radial}} \right), \end{aligned} \quad (3.11)$$

où  $\beta_{eau}^{référence}$  est le paramètre non linéaire quadratique référencé dans la littérature valant 5 à 20°C<sup>9</sup> [33],  $F_{radial\ éch}$  est le facteur correctif du profil radial de la pression basse-fréquence dans l'échantillon défini par  $\frac{1}{L_{échantillon}/2} \int_0^{L_{échantillon}/2} Prof_{pompe}(x) dx$ ,  $L_{échantillon}$  est l'épaisseur de l'échantillon dans la direction de propagation des impulsions ultrasonores, et  $T_{eau/échantillon}$  est le coefficient de transmission pour la pression acoustique en incidence normale entre l'eau et l'échantillon dépendant des impédances acoustiques des deux milieux  $Z_{eau}$  et  $Z_{échantillon}$ , défini par  $T_{eau/échantillon} = 2Z_{échantillon}/(Z_{eau} + Z_{échantillon})$ .

Les termes  $\frac{\partial TOFM}{\partial p_{BF}} \Big|_{avec\ échantillon}$  et  $\frac{\partial TOFM}{\partial p_{BF}} \Big|_{sans\ échantillon}$  sont les coefficients directeurs de la régres-

---

9. Le paramètre non linéaire quadratique  $\beta$  de l'eau distillée varie entre 4.8 et 5.1 pour une température de respectivement 15 et 25°C [33].

sion linéaire effectuée sur la relation mesurée entre la modulation de temps de vol ultrasonore et la pression acoustique basse-fréquence, dans l'analyse fréquentielle ou instantanée, respectivement pour la mesure avec l'échantillon et pour la mesure sans l'échantillon. Le rapport des coefficients directeurs  $\left. \frac{\partial TOFM}{\partial p_{BF}} \right|_{avec\ échantillon}$  et  $\left. \frac{\partial TOFM}{\partial p_{BF}} \right|_{sans\ échantillon}$  permet de s'affranchir de l'erreur sur la précision absolue de la sensibilité de l'hydrophone basse-fréquence fournie par le constructeur.

Enfin, comme le profil normalisé du champ de pression acoustique basse-fréquence est mesuré sans échantillon, les facteurs correctifs  $F_{radial}$  et  $F_{radial\ éch}$  restent pertinents si la présence de l'échantillon déforme peu le champ de pression acoustique basse-fréquence rayonné par le disque.

Compte tenu de l'expression 3.11, l'incertitude de la mesure du paramètre  $\beta$  est de l'ordre de 10 à 15%.

### 3.4.5.2 Calcul des paramètres de non-linéarités acoustiques élastiques cubique et hystérétique quadratique, $\delta$ et $\alpha$ , d'un échantillon en insertion

Pour le cas d'un échantillon solide endommagé ou granulaire, les non-linéarités acoustiques élastiques peuvent être anormalement élevées, c'est-à-dire  $\delta \gg \beta^2$ . De plus, des effets non linéaires élastiques hystérétiques peuvent apparaître. Par la suite, on ne considèrera que le cas des non-linéarités élastiques hystérétiques quadratiques liées au paramètre non linéaire hystérétique  $\alpha$ . L'introduction de ce terme de non-linéarité hystérétique quadratique est *a priori* pertinente pour les ondes acoustiques mises en jeu dans la méthode expérimentale (voir chapitre 2, partie 2.1.2.5). Enfin les interactions mutuelles entre l'onde pompe et l'onde sonde sont négligées (voir partie 3.2.4). La modulation du temps de vol ultrasonore due à l'échantillon uniquement s'écrit alors [24] :

$$TOFM_{échantillon} = -\frac{L_{échantillon} F_{radial\ éch}}{2\rho_{échantillon} c_{échantillon}^3} \times \left( \beta p_{pompe} - \delta \frac{p_{pompe}^2}{K_0} - \alpha (\Delta p_{pompe} + p_{pompe} \operatorname{sign}(\dot{p}_{pompe})) \right), \quad (3.12)$$

où  $p_{pompe}$  est la pression acoustique basse-fréquence dans l'échantillon.

Dans le cas où la pression acoustique de l'onde pompe suit une variation sinusoïdale de fréquence  $f$ , on constate que le terme lié à  $\beta$  dans l'équation 3.12 donne une modulation de temps de vol ultrasonore à la fréquence  $f$  (modulation d'ordre 1), comme il a été observé dans l'eau par exemple. En revanche, les termes liés aux paramètres  $\delta$  et  $\alpha$  génèrent une modulation à la fréquence double  $2f$  (modulation d'ordre 2) et une valeur moyenne non-nulle [24]. Notons d'une part que le terme lié à  $\delta$  génère une moyenne non-nulle par la courbure qu'il donne à la relation entre la modulation de temps de vol ultrasonore et la pression acoustique basse-fréquence. Et d'autre part, le terme de non-linéarité hystérétique induit une valeur de TOFM non-nulle pour une pression acoustique basse-fréquence nulle. En outre, le terme non linéaire hystérétique contenant  $\alpha$  fournit des modulations

du temps de vol ultrasonore à toutes les harmoniques supérieures paires de la fréquence  $f$  de l'onde basse-fréquence [24].

La moyenne non-nulle et l'amplitude à la fréquence  $2f$  de TOFM sont donc reliées aux paramètres non linéaires  $\delta$  et  $\alpha$ . Le calcul de ces deux paramètres non linéaires a été présenté dans notre publication pour l'analyse fréquentielle [24]. Par conséquent, seul leur calcul à partir de l'analyse instantanée sera présenté ici.

Tout d'abord, si seuls les effets non linéaires élastiques classiques sont considérés, la variation de temps de vol ultrasonore s'exprime par :

$$TOFM_{sonde} = -\frac{L}{2\rho_0 c_0^3} [\beta p_{pompe} - \delta / K_0 p_{pompe}^2], \quad (3.13)$$

Pour des comparaisons avec les mesures acousto-élastiques, on peut exprimer la variation de la vitesse de propagation ultrasonore  $\Delta c_{sonde}$  :

$$\Delta c_{sonde} = \frac{1}{2\rho_0 c_0} [\beta p_{pompe} - \delta / K_0 p_{pompe}^2], \quad (3.14)$$

On constate qu'un simple fit polynômial d'ordre 2 permet de remonter aux paramètres non linéaires classiques quadratique et cubique,  $\beta$  et  $\delta$ .  $\beta$  traduit la pente de la relation instantanée, alors que  $\delta$  exprime la courbure. Les figures 3.36 et 3.37 présentent le cas où  $\beta$  et  $\delta$  sont positifs,  $\beta = 200$  et  $\delta = 6.10^6$ . Les figures 3.38 et 3.39 présentent le cas où  $\beta$  est positif et  $\delta$  est négatif,  $\beta = 200$  et  $\delta = -6.10^6$ .

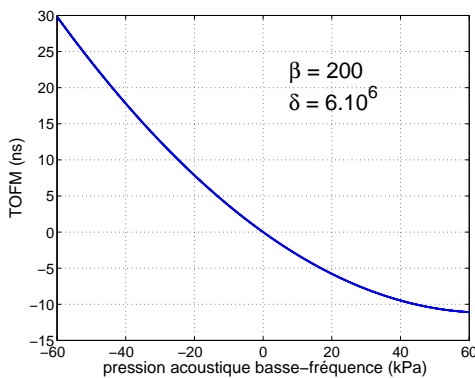


FIGURE 3.36 – Relation obtenue à partir de l'équation 3.13 entre TOFM et la pression de l'onde pompe.  $L = 24mm$ ,  $c = 1800m/s$ ,  $\rho = 1200kg/m^3$ ,  $\beta = 200$  et  $\delta = 6.10^6$ .

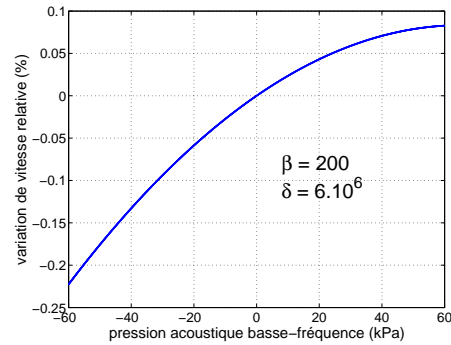


FIGURE 3.37 – Relation obtenue à partir de l'équation 3.14 entre la variation relative de la vitesse de propagation et la pression de l'onde pompe avec les mêmes paramètres que dans la figure 3.36. Cette tendance est similaire à celle mesurée dans les roches pour de fortes pressions hydrostatiques.

Considérons maintenant les effets induits par le terme de non-linéarité hystérétique dans l'ana-

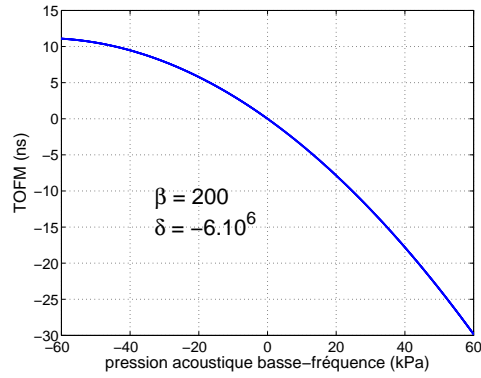


FIGURE 3.38 – Relation obtenue à partir de l'équation 3.13 entre TOFM et la pression de l'onde pompe.  $L = 24\text{mm}$ ,  $c = 1800\text{m/s}$ ,  $\rho = 1200\text{kg/m}^3$ ,  $\beta = 200$  et  $\delta = -6.10^6$ .

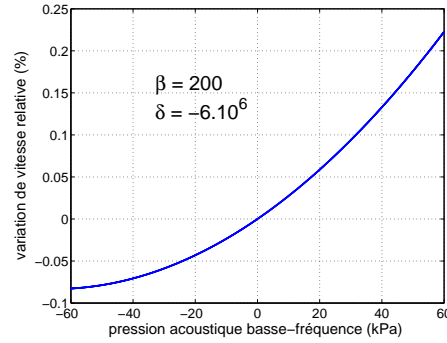


FIGURE 3.39 – Relation obtenue à partir de l'équation 3.14 entre la variation relative de la vitesse de propagation et la pression de l'onde pompe avec les mêmes paramètres que dans la figure 3.38. Cette tendance est similaire à celle mesurée dans les roches pour de faibles pressions hydrostatiques, inférieures à 10 MPa.

lyse instantanée. Dans l'équation 3.12, si l'onde pompe basse-fréquence est sinusoïdale, l'excursion maximale en pression subie par le matériau  $\Delta p_{BF}$  est égale à l'amplitude de cette onde.

On constate que le terme proportionnel à  $\alpha$  produit des effets non linéaires quadratiques d'amplitudes différentes lorsque la pression augmente ou diminue. La pente moyenne dans la relation instantanée entre la TOFM et la pression acoustique basse-fréquence est alors proportionnelle à  $\beta - \alpha$  lorsque la pression augmente et à  $\beta + \alpha$  lorsque la pression diminue (figure 3.40). De plus, le terme non linéaire hystérétique est responsable d'une valeur de TOFM non-nulle à pression basse-fréquence nulle, égale à  $L/(2\rho c^3)\alpha\Delta p_{BF}$ .

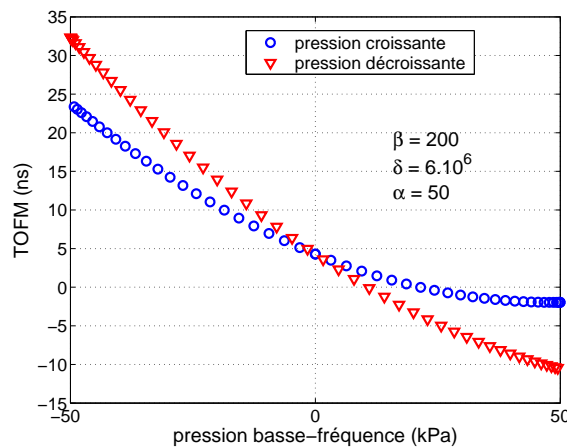


FIGURE 3.40 – Relation obtenue à partir de l'équation 3.12 entre TOFM et la pression basse-fréquence prenant en compte la non-linéarité élastique quadratique hystérétique.  $L = 24\text{mm}$ ,  $c = 1800\text{m/s}$ ,  $\rho = 1200\text{kg/m}^3$ ,  $\beta = 200$ ,  $\delta = 6.10^6$  et  $\alpha = 50$ .

### 3.4.5.3 Importance de la position du point d'inflexion acousto-élastique pour un matériau granulaire ou fissuré

Comme décrit dans le chapitre 2 (partie 2.1.3.1), la fonction reliant la vitesse de propagation acoustique à la contrainte sollicitant un matériau granulaire ou fissuré lors d'une mesure d'acousto-élasticité est généralement une sigmoïde (fonction de type arc-tangente ou tangente hyperbolique). La pression atmosphérique  $P_{atm}$  peut *a priori* être inférieure ou supérieure à la pression  $P_{inflex}$  correspondant au point d'inflexion de la sigmoïde. Les deux parties de la sigmoïde donnent lieu à deux comportements lors d'une mesure acousto-élastique dynamique basse-fréquence. En effet, lorsque l'amplitude de la pression acoustique basse-fréquence augmente, la variation moyenne du TOFM peut être soit positive (si  $P_{atm} > P_{inflex}$ ,  $\delta > 0$  et la vitesse de propagation est en moyenne plus faible qu'en l'absence de la perturbation BF) soit négative (si  $P_{atm} < P_{inflex}$ ,  $\delta < 0$  et la vitesse de propagation est en moyenne plus élevée qu'en l'absence de la perturbation BF). D'autre part, compte tenu de la forme en sigmoïde, lorsque l'amplitude de la pression acoustique basse-fréquence augmente, les coefficients d'une régression polynomiale du diagramme instantané reliant la TOFM à la pression acoustique BF varient. La valeur des paramètres de non-linéarité élastique calculés dépend donc de l'amplitude de la pression acoustique basse-fréquence.

### 3.4.5.4 Calcul du paramètre de non-linéarité acoustique dissipative $\alpha_D$ d'un échantillon en insertion

Le décrément  $D$  ou le coefficient  $\alpha_Q$  sont couramment utilisés pour caractériser l'importance des effets non linéaires dissipatifs mesurés dans un matériau. Le décrément est défini comme la variation d'énergie rapportée à l'énergie maximale accumulée :  $D = \Delta W/W$ . Dans notre cas, il s'agit de la variation relative de l'énergie des impulsions ultrasonores. Le paramètre  $\alpha_Q$  est défini dans le cadre d'une mesure de résonance non linéaire NRUS par  $\alpha_Q = (1/Q(\epsilon_{pompe}) - 1/Q_0)/\epsilon_{pompe}$ , où  $Q(\epsilon_{pompe})$  est le facteur de qualité mesuré pour une déformation  $\epsilon_{pompe}$  et  $Q_0$  est le facteur de qualité linéaire [42]. Dans le cas d'une onde acoustique propagative et non résonante, le facteur de qualité est défini tel que  $Q = \omega/(2\alpha c)$ , où  $\omega$  est la pulsation de l'onde,  $\alpha$  est l'atténuation du milieu (en  $m^{-1}$ ) et  $c$  la vitesse de propagation acoustique [26]. Aussi, on remarque que  $(1/Q - 1/Q_0)/(1/Q_0) \approx (\alpha - \alpha_0)/\alpha_0$  si la vitesse de propagation acoustique montre des variations plus faibles que l'atténuation. La méthode de mesure donne justement accès à la variation relative de l'atténuation du milieu  $(\alpha - \alpha_0)/\alpha_0$ . Nous définirons donc pour notre méthode de mesure le paramètre de non-linéarités acoustiques dissipatives  $\alpha_D$  tel que  $\alpha_D = (1/Q(\epsilon_{pompe}) - 1/Q_0)/(\epsilon_{pompe}/Q_0) = (\alpha - \alpha_0)/(\alpha_0 \epsilon_{pompe})$ .

D'autre part, il est commun de mesurer l'importance relative des effets non linéaires dissipatifs par rapport aux effets non linéaires élastiques en calculant le paramètre de Read [43][44]. Dans les mesures de résonance non linéaire dite NRUS (voir 2.1.2), le rapport  $\alpha_Q/\alpha_f$  est calculé [42], où  $\alpha_f$

est le paramètre de non-linéarité élastique hystérétique, identique à celui défini dans l'équation 3.12. Ce rapport est généralement mesuré inférieur à 1 (pour les roches et les céramiques montrant des non-linéarités hystérétiques), sauf pour le cas du Pyrex fissuré où le rapport est légèrement supérieur à 1 [42].

## 3.5 Résultats expérimentaux dans différents matériaux

Avant de présenter les résultats expérimentaux obtenus dans l'os trabéculaire dans le chapitre 4, cette section montre les mesures réalisées dans différents milieux possédant une(des) caractéristique(s) susceptible(s) de générer ou d'influencer les non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives telle que la visco-élasticité, la présence de fissures ou une structure granulaire non consolidée.

### 3.5.1 Validation dans un fluide non-visqueux : l'eau

Comme l'ont montré les figures 3.28 et 3.32, les résultats expérimentaux obtenus dans l'eau et analysés par les méthodes fréquentielle et instantanée sont très proches des valeurs théoriques obtenues à partir de la formule 3.10 en utilisant la valeur  $\beta = 5$  référencée dans la littérature pour de l'eau à 20°C [33]. L'amplitude de la modulation du temps de vol ultrasonore est une fonction linéaire de la pression acoustique basse-fréquence. De plus, la modulation du temps de vol ultrasonore est en opposition de phase avec la pression acoustique de l'onde pompe, comme le prédit le signe négatif dans l'équation 3.10.

Le paramètre non linéaire quadratique obtenu expérimentalement vaut <sup>10</sup>  $4.85 \pm 0.05$ . Cette valeur est 3% inférieure à la valeur de référence égale à 5 à 20°C. Cette erreur est probablement due à la mesure de la pression de l'onde acoustique basse-fréquence par l'hydrophone dont la précision absolue est donnée par le constructeur à 0.2 dB près, soit 2% d'erreur sur la mesure de pression <sup>11</sup>. De plus, la formule 3.10 est une modélisation unidimensionnelle de l'interaction non linéaire acoustique. En réalité, l'interaction ne se fait pas le long d'une ligne mais d'un volume cylindrique dont le diamètre est égal à celui des transducteurs ultrasonores (13 mm). Si la correction de l'amplitude non-constante de l'onde pompe sur le chemin de propagation des impulsions ultrasonores (diagramme de rayonnement radial, figure 3.35) est effectuée, la correction de l'amplitude non-constante de la pression acoustique basse-fréquence dans la direction de propagation de l'onde pompe (diagramme de rayonnement axial, figure 3.34) n'est pas implémentée.

Enfin comme l'ont montré les figures 3.29 et 3.33, on ne mesure pas d'effets non linéaires acoustiques dissipatifs dans l'eau.

10. avec  $\rho = 1000 \text{ kg/m}^3$  et  $c = 1495 \text{ m/s}$

11. Hydrophone Brüel & Kjaer Type 8103



### 3.5.2 Échantillon solide faiblement non linéaire : le PMMA

La méthode de mesure par substitution permet de mesurer le paramètre de non-linéarité acoustique quadratique classique  $\beta$  d'un échantillon placé en insertion dans la zone d'interaction des faisceaux acoustiques basse-fréquence et ultrasonore (voir 3.4.5). Un échantillon cylindrique (diamètre 50 mm et épaisseur 40 mm) de polyméthacrylate de méthyle (PMMA)<sup>12</sup> a été placé dans la zone d'interaction des ondes acoustiques. Dans un premier temps, l'axe du cylindre est parallèle à l'axe des transducteurs ultrasonores et donc à la direction de propagation ultrasonore. Dans cette configuration expérimentale, un paramètre non linéaire élastique quadratique  $\beta$  de 9 est mesuré pour le PMMA. Cependant, lorsque le cylindre de PMMA est placé tel que son axe se superpose avec l'axe du disque BF,  $\beta$  vaut 11. Ces valeurs sont inférieures aux données reportées dans la littérature ( $\beta$  vaut entre 12 et 15) [45][46][33].

Lorsque sa surface courbée se présente sous le disque basse-fréquence, l'échantillon cylindrique a tendance à faire diverger l'onde acoustique basse-fréquence quasi-plane. Par conséquent, la pression acoustique basse-fréquence dans le cylindre de PMMA est probablement inférieure à celle obtenue dans le cas où la surface rayonnante du disque BF et la surface de l'échantillon se présentant sous le disque BF sont parallèles. La perturbation du champ de pression acoustique basse-fréquence induite par la présence de l'échantillon de PMMA, d'impédance acoustique supérieure à celle de l'eau, pourrait expliquer la sous-estimation de la mesure de  $\beta$ . En effet, lorsque l'axe du cylindre de PMMA est positionné sur l'axe du champ de pression BF axisymétrique, la valeur de  $\beta$  (11) est plus proche de celles reportées dans la littérature (entre 12 et 15). Dans cette configuration, comme la symétrie de l'échantillon et la symétrie du champ de pression acoustique BF concordent, l'insertion du PMMA dans la zone de mesure modifie probablement moins le champ acoustique BF généré sans l'échantillon.

On constate par ailleurs que la relation entre le TOFM et la pression basse-fréquence obtenue avec le PMMA est linéaire (signature des effets non linéaires élastiques quadratiques) avec un coefficient directeur négatif (paramètre  $\beta$  positif), comme pour l'eau (figure 3.41).

Remarquons également que l'insertion de l'échantillon de PMMA a diminué l'amplitude totale des effets non linéaires élastiques mesurés. En effet, à pression égale, les effets non linéaires élastiques dans les solides sont généralement moins importants que dans les fluides car les solides sont plus denses et plus rigides (équation 3.10).

Comme pour l'eau, aucune modulation de l'amplitude ou de l'énergie des impulsions ultrasonores n'est mesurée lorsque l'échantillon est inséré (figure 3.41). Cette mesure permet néanmoins de vérifier que l'échantillon est bien fixé. De fait, s'il était mal fixé, ses mouvements créeraient des modulations parasites de l'amplitude des impulsions ultrasonores et de leur temps de vol.

---

12. La masse volumique du PMMA vaut 1180 kg/m<sup>3</sup> et la vitesse de propagation des ondes de compression vaut 2750 m/s.

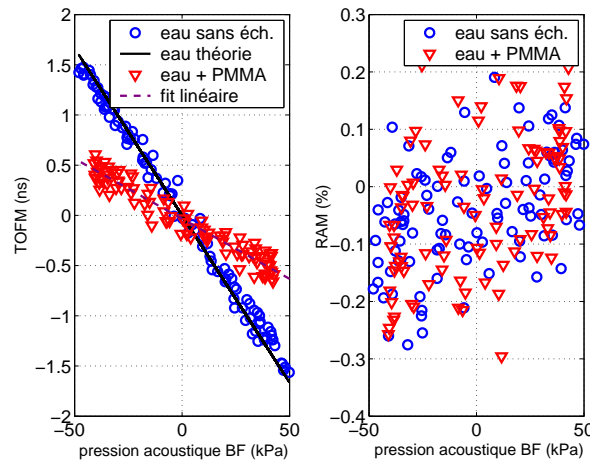


FIGURE 3.41 – Mesure sans l'échantillon (eau sans éch.) et avec l'échantillon de PMMA inséré de la variation instantanée du temps de vol ultrasonore (TOFM) et de la variation instantanée relative de l'amplitude des impulsions ultrasonores (RAM) en fonction de la variation instantanée de la pression acoustique basse-fréquence. La distance entre les transducteurs ultrasonores vaut 51 mm et l'épaisseur de l'échantillon vaut 40 mm.

### 3.5.3 Échantillon à porosité connectée élevée : mousses polyester

Des mesures ont également été effectuées dans deux échantillons cubiques (5 cm de largeur) de mousse en polyester saturée d'eau dont la porosité élevée (98%) est connectée. Les deux mousses possèdent des tailles de pores différentes (10 et 30 pores par pouce) et leur architecture, bien que parfaitement isotrope, est relativement proche de celle des os trabéculaires de porosité élevée (figure 3.42).

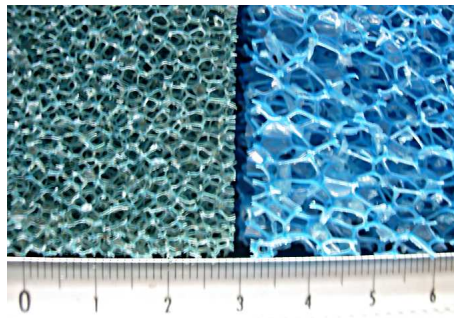


FIGURE 3.42 – Photos des mousses en polyester avec de petits pores (30 pores par pouce, à gauche) et de grands pores (10 pores par pouce, à droite).

Compte tenu de la porosité élevée, on mesure une vitesse de propagation ultrasonore dans les mousses en polyester proche de celle de l'eau égale à 1505 m/s. La masse volumique effective de la mousse polyester saturée d'eau vaut 1005 kg/m<sup>3</sup>. Les résultats sont identiques pour les mousses à petits et grands pores. L'analyse instantanée montre une relation linéaire de pente négative entre la TOFM et la pression acoustique basse-fréquence (figure 3.43). Les effets non linéaires élastiques sont légèrement inférieurs à ceux mesurés dans l'eau sans l'échantillon car les non-linéarités élastiques

créées dans le polyester sont plus faibles que celles induites dans l'eau. D'autre part, on ne mesure pas de non-linéarités acoustiques dissipatives.

Le paramètre non linéaire quadratique  $\beta$  calculé en considérant la mousse saturée d'eau comme un milieu effectif vaut entre 4 et 4.5 [24]. Ainsi, ce matériau très poreux possède un comportement acoustique non linéaire identique à un matériau non-poreux comme le PMMA.

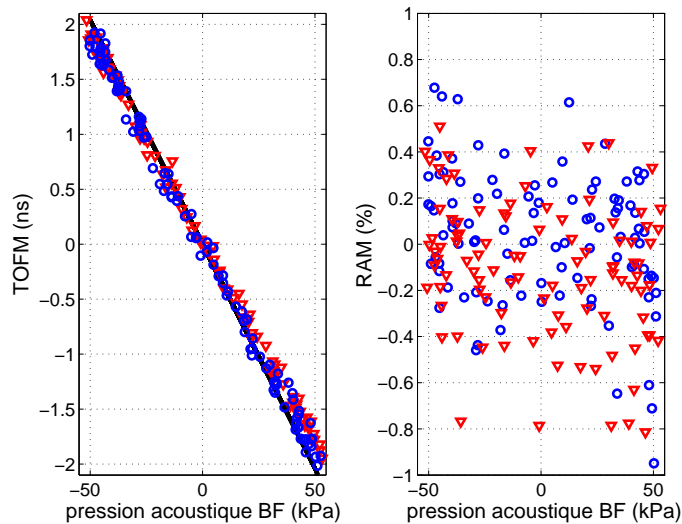


FIGURE 3.43 – Mesure sans l'échantillon (cercle bleu) et avec l'échantillon de mousse polyester (grands pores) inséré (triangle rouge) de la variation instantanée du temps de vol ultrasonore (TOFM) et de la variation instantanée relative de l'amplitude des impulsions ultrasonores (RAM) en fonction de la variation instantanée de la pression acoustique basse-fréquence. La droite noire (à gauche) représente les effets non linéaires élastiques théoriquement obtenus lorsqu'il n'y pas d'échantillon.

Il serait également nécessaire de réaliser des mesures dans un matériau de porosité plus faible, proche de celle de l'os trabéculaire peu poreux (typiquement 70%), en utilisant des mousses en aluminium par exemple. Ces mesures n'ont pu être menées dans le temps imparti. Si leurs conclusions se révélaient les mêmes que celles pour les mousses très poreuses, l'affirmation qu'un matériau à porosité connectée et non endommagé produit uniquement des non-linéarités élastiques quadratiques pourrait être admise dans le cadre de l'étude de l'os trabéculaire.

Enfin, une mesure a également été effectuée après avoir sectionné une dizaine de « petites poutres » (ou travées) sur le chemin de propagation des impulsions ultrasonores dans la mousse à grands pores. Néanmoins, cette opération n'a induit aucune différence mesurable sur les variations du temps de vol et de l'amplitude des impulsions ultrasonores. Par conséquent, si la porosité d'un matériau est trop élevée, il semble que d'éventuels effets non linéaires acoustiques, induits par l'ouverture et la fermeture du contact entre les deux parties de poutres sectionnées, ne puissent pas être mesurés par le dispositif expérimental. Dans ce cas, la grande majorité de l'énergie acoustique passe dans l'eau, l'onde ultrasonore est alors très faiblement affectée par le « clappement » de tels contacts. Indépendamment de la porosité, la très faible épaisseur des travées (inférieure à  $100\mu\text{m}$ ) pourrait

également défavoriser la mesure des non-linéarités acoustiques.

### 3.5.4 Fluide visqueux : le miel

Afin d'observer l'influence des effets visco-élastiques sur les mesures de non-linéarité élastique, des mesures ont aussi été réalisées dans du miel d'acacia non-cristallisé<sup>13</sup>. Le facteur de perte  $\tan(\phi)$  mesuré pour la viscosité de cisaillement dans le miel à une fréquence de l'ordre de 1 kHz est de l'ordre de l'unité, correspondant à un déphasage entre la contrainte et la déformation de  $\pi/4$  rad [28][27]. A notre connaissance, aucune mesure de la viscosité de volume n'a été effectuée dans le miel. Le miel est placé dans un petit récipient cubique en PMMA, ouvert sur le dessus, de 5 cm de largeur extérieure et 4 cm de largeur intérieure. La mesure est d'abord réalisée avec le récipient vide (empli d'eau) puis avec le récipient empli de miel. Un résultat surprenant a été obtenu. Tout d'abord, aucune hystérésis n'est mesurée entre la TOFM et la pression acoustique basse-fréquence (figure 3.44), suggérant que la viscosité de volume de ce miel est beaucoup plus faible que sa viscosité de cisaillement pour une fréquence de quelques kHz. De plus, la variation instantanée du temps de vol ultrasonore est en phase avec la variation instantanée de la pression acoustique basse-fréquence (figure 3.44), signifiant que le paramètre non linéaire quadratique  $\beta$  est négatif. En outre, la relation entre la TOFM instantanée et la pression acoustique basse-fréquence instantanée est linéaire et on ne mesure pas d'effets non linéaires dissipatifs. Le paramètre de non-linéarité élastique quadratique  $\beta$  mesuré vaut environ -18 pour le miel, alors qu'il vaut 5 pour l'eau dans les mêmes conditions.

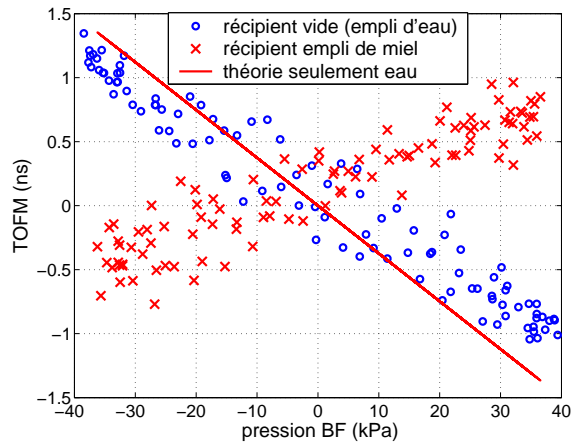


FIGURE 3.44 – Relation mesurée entre la variation instantanée du TOFM et la variation instantanée de la pression acoustique basse-fréquence avec le récipient placé dans la zone d'interaction mais sans miel (empli d'eau) et avec le récipient empli de miel. La droite représente les effets mesurés s'il n'y avait que de l'eau sur le chemin de propagation ultrasonore.

Le signe négatif du paramètre de non-linéarité élastique quadratique pourrait être une consé-

13. Miel de marque « Lune de miel » acheté en supermarché. La vitesse de propagation des ondes de compression vaut 2200 m/s et sa masse volumique est de l'ordre de 1600 kg/m<sup>3</sup>.

quence de la viscosité non linéaire de type rhéo-fluidifiante (voir partie 3.2.3.2), mesurée en cisaillement dans plusieurs produits alimentaires pour des taux de cisaillement de l'ordre de  $1 \text{ s}^{-1}$  [31]. Comme précédemment noté, seule la viscosité de volume influence la mesure de la variation de temps de vol ultrasonore dans notre montage expérimental. La vitesse de déformation maximale imposée par l'onde acoustique basse-fréquence vaut typiquement  $0.5 \text{ s}^{-1}$  (pour une amplitude de pression acoustique de 50 kPa à 3000 Hz). L'importance de la non-linéarité de la viscosité peut être mesurée comme la variation de la viscosité dynamique rapportée à une variation du taux de cisaillement. Par exemple, ce rapport atteint  $1 \text{ Pa.s}^2$  lorsque le taux de cisaillement passe de 2.5 à  $10 \text{ s}^{-1}$  pour du chocolat au lait épais [31]. D'après l'équation 3.6, le terme exprimant la non-linéarité de la viscosité,  $\eta_0\beta_\eta\omega^2/K_0$ , s'oppose au paramètre de non-linéarité élastique quadratique. Aussi, en considérant que le paramètre de non-linéarité élastique quadratique  $\beta$  du miel vaut 5 (valeur pour l'eau), pour mesurer un paramètre de non-linéarité quadratique visco-élastique (voir partie 3.2.3.2) égal à -20, il faut que le terme  $\eta_0\beta_\eta\omega^2/K_0$  soit égal à -25, soit  $\eta_0\beta_\eta$  de l'ordre de  $100 \text{ Pa.s}^2$ . Cette valeur est deux ordres de grandeur supérieure à celle mesurée en cisaillement dans le chocolat au lait épais pour des taux de cisaillement un ordre de grandeur supérieur aux vitesses de déformation mises en jeu dans la méthode expérimentale.

### 3.5.5 Solides visco-élastiques non fissurés et fissurés : la silice, le Pyrex et le silicone

#### 3.5.5.1 Silice

Contrairement au miel, de nombreuses études ont mesuré le paramètre de non-linéarité acoustique quadratique  $\beta$  dans la silice, il vaut entre  $-7$  et  $-13$  [33][14][6]. En effet, comme pour le miel,  $\beta$  est négatif pour la silice<sup>14</sup>. Des mesures ont été menées sur un échantillon cylindrique de silice (6 cm de diamètre et 3 cm d'épaisseur) pour vérifier si la méthode expérimentale permettait de retrouver ce résultat. De manière analogue à l'échantillon cylindrique de PMMA, l'axe de révolution de l'échantillon de silice est disposé parallèlement à l'axe des transducteurs ultrasonores.

L'amplitude de TOFM générée par les impulsions ultrasonores ayant traversé une seule fois l'échantillon de silice est de l'ordre de grandeur du niveau de bruit de TOFM (0.1 ns). Par conséquent, profitant du fait que la vitesse de propagation des ondes de compression dans la silice est nettement plus élevée que celle dans l'eau, il est possible d'utiliser les échos des impulsions ultrasonores réfléchies 2 fois et 4 fois contre les parois de la silice. Ces échos ultrasonores ont donc parcouru respectivement 3 fois et 5 fois l'épaisseur de l'échantillon, de sorte que les effets non linéaires élastiques peuvent s'accumuler. La figure 3.45 présente les résultats des mesures pour les échos ayant parcouru 3 fois et

14. La masse volumique de la silice mesurée vaut  $2220 \text{ kg/m}^3$  et la vitesse des ondes de compression vaut  $5910 \text{ m/s}$ .

5 fois l'épaisseur de l'échantillon. Pour une meilleure lisibilité, la TOFM uniquement due à la silice est représentée après une soustraction des effets imputés à l'eau aux effets totaux mesurés. La modulation du temps de vol ultrasonore (TOFM) instantanée, générée par la silice, est bien en phase avec la variation instantanée de la pression acoustique basse-fréquence (figure 3.45), donc le paramètre  $\beta$  est négatif. En outre, aucun effet non linéaire dissipatif n'est mesuré.

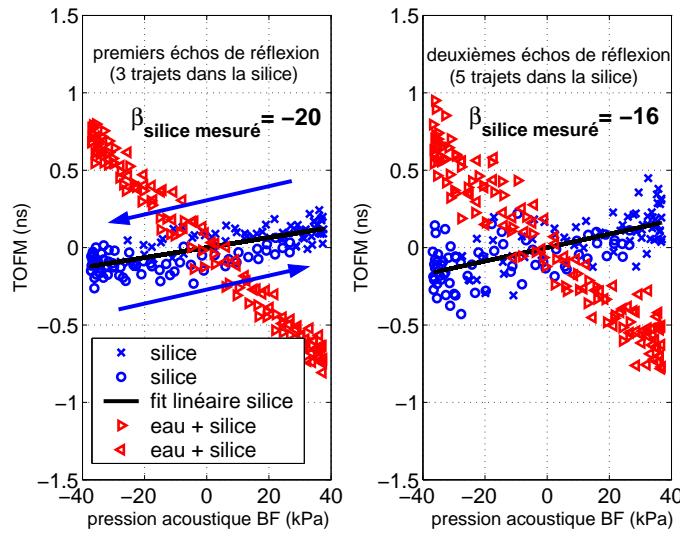


FIGURE 3.45 – Relation instantanée mesurée entre la TOFM et la pression acoustique basse-fréquence avec l'échantillon de silice placé dans la zone d'interaction, en utilisant les premiers échos de réflexion (à gauche) et les deuxièmes échos de réflexion (à droite). La distance entre les transducteurs ultrasonores vaut 73 mm. Les triangles rouges représentent les effets totaux mesurés. Les cercles et les croix bleus représentent les effets imputés à la silice.

Le paramètre de non-linéarité élastique quadratique  $\beta$  mesuré pour la silice vaut  $-20 \pm 1$  en utilisant les échos ayant parcouru 3 fois l'épaisseur de l'échantillon, et  $-16 \pm 1$  en utilisant les échos ayant parcouru 5 fois l'épaisseur de l'échantillon. Ces valeurs sont inférieures (en valeur absolue) aux données rapportées dans la littérature. Dans le cas du cylindre de silice, qui possède pourtant une vitesse de propagation acoustique bien supérieure celle dans l'eau (d'un facteur 4), l'argument avancé pour expliquer la sous-estimation du paramètre  $\beta$  mesuré sur un cylindre de PMMA ne permet pas de justifier une sur-estimation dans le cas d'un cylindre de silice. En effet, la surface incurvée de l'échantillon cylindrique présentée sous le piston basse-fréquence a tendance à faire diverger l'onde quasi-plane basse-fréquence. Ainsi la pression acoustique basse-fréquence dans l'échantillon, calculée par le coefficient de transmission en pression pour une incidence normale, est surestimée, en conséquence  $\beta$  est sous-estimé. De plus, l'amplitude de modulation du temps de vol ultrasonore créée dans la silice est presque un ordre de grandeur inférieure à celle générée dans l'eau. La faiblesse des effets non linéaires élastiques générés dans la silice dégrade probablement la précision de la mesure du paramètre de non-linéarité élastique quadratique  $\beta$ . En effet, une surestimation, de l'ordre de 15%, des effets non linéaires créés dans l'eau (lorsque l'échantillon est présent) suffirait à expliquer la

surestimation de  $\beta$ . On constate d'ailleurs que l'estimation de  $\beta$  obtenue en utilisant les échos ayant parcouru 5 fois l'épaisseur de l'échantillon ( $\beta = -16$ ) est meilleure que celle obtenue en utilisant les échos ayant parcouru 3 fois l'épaisseur de l'échantillon ( $\beta = -20$ ). La surestimation des effets générés dans l'eau est probablement due à la déformation du champ de pression acoustique basse-fréquence lorsque l'échantillon de silice est inséré.

En outre, on remarque une hystérésis (figure 3.45) correspondant à un retard  $\tau$  de la modulation du temps de vol ultrasonore par rapport à la pression acoustique basse-fréquence de l'ordre de  $20\mu\text{s}$ , pour les premiers et deuxièmes échos de réflexion. Compte tenu du niveau de bruit élevé pour les mesures dans la silice, ce retard doit être considéré avec précaution. Néanmoins, si cette hystérésis était d'origine physique et non un artefact, elle pourrait être imputée aux effets visco-élastiques linéaires. La viscosité de volume linéaire correspondante  $\eta_0 = K_0\tau$  serait de l'ordre de  $10^6 \text{ Pa.s}$  (pour une fréquence de l'onde pompe de 2910 Hz et avec  $K_0 = \rho_{\text{silice}} c_{\text{silice}}^2$ ).

### 3.5.5.2 Pyrex fissuré et non fissuré

Dans le but de mieux comprendre les effets non linéaires acoustiques créés par des fissures, des mesures ont été effectuées sur une plaque de Pyrex fissurée d'épaisseur 10 mm. Les fissures sont nettement visibles et nombreuses, leur longueur varie entre quelques millimètres et quelques centimètres (figure 3.46). Aussi plusieurs zones d'environ 13 mm de diamètre (diamètre du transducteur ultrasonore) ont pu être sondées.



FIGURE 3.46 – Photo de la plaque de Pyrex fissurée utilisée pour les expériences.

Notons que, comme pour la silice, le paramètre non linéaire élastique quadratique  $\beta$  est négatif pour le Pyrex<sup>15</sup> [33], par conséquent la modulation du temps de vol ultrasonore est en phase avec la pression acoustique basse-fréquence. La figure 3.47 montre les mesures de TOFM et RAM dans une région non fissurée de la plaque de Pyrex. On constate que la modulation du temps de vol ultrasonore, générée par le Pyrex, est très faible et est en phase avec la pression acoustique basse-fréquence, puisque  $\beta$  est négatif. Par ailleurs, aucune modulation de l'amplitude des impulsions ultrasonores n'est mesurée.

<sup>15</sup>. Le Pyrex contient environ 80% de silice.



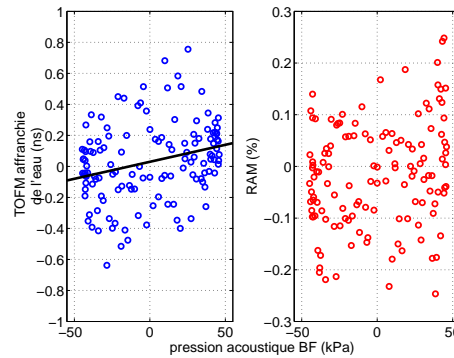


FIGURE 3.47 – Relations instantanées mesurées entre les TOFM et RAM et la pression acoustique basse-fréquence dans une région non fissurée de la plaque de Pyrex. Pour une meilleure lisibilité, la figure de gauche représente la TOFM due uniquement au Pyrex, les effets générés dans l'eau ont été soustraits de la mesure globale. La distance entre les transducteurs ultrasonores vaut 33 mm.

Les figures 3.48, 3.49, 3.51 et 3.52 montrent les effets non linéaires acoustiques élastiques et dissipatifs mesurés à trois endroits fissurés de la plaque de Pyrex, notés A, B et C. La zone A présente quelques fissures relativement bien perpendiculaires à la direction de propagation des impulsions ultrasonores. Dans les zones notées B et C, l'orientation des fissures est relativement parallèle à la direction de propagation ultrasonore.

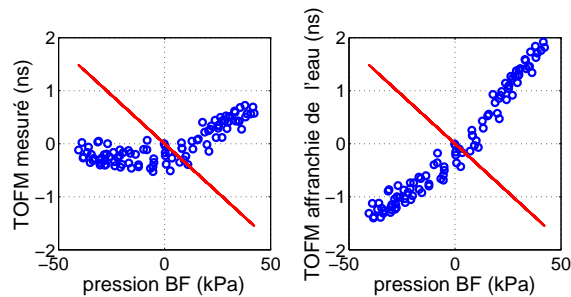


FIGURE 3.48 – Relation instantanée mesurée entre la TOFM et la pression acoustique basse-fréquence dans la zone A de la plaque de Pyrex fissurée, où le plan de la fissure principale est presque normal à la direction de propagation des ultrasons. Pour une meilleure lisibilité, la figure de droite représente la TOFM due uniquement au Pyrex fissuré, les effets de l'eau ont été soustraits de la mesure globale présentée dans la figure de gauche. La droite rouge représente la TOFM mesurée dans le cas où il n'y a pas d'échantillon inséré.

La figure 3.50 montre les spectres de fréquence obtenus pour la pression acoustique basse-fréquence, la modulation du temps de vol ultrasonore affranchie des effets dus à l'eau (TOFM) et la variation relative de l'énergie des impulsions ultrasonores (REM) pour la région A. Contrairement à l'eau (figure 3.26) et aux autres fluides et solides non endommagés, on remarque la présence de raies à la fréquence double de celle de l'onde pompe (modulation d'ordre 2) et à la fréquence nulle (valeur moyenne).

D'autre part, les figures 3.49, 3.51 et 3.52 montrent l'équivalence des analyses des effets non li-

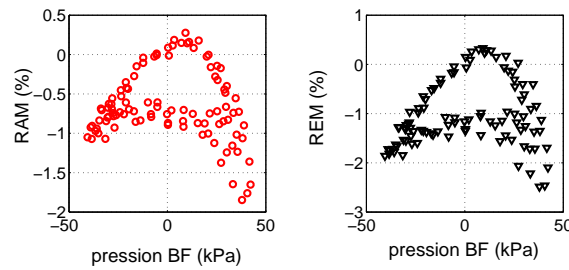


FIGURE 3.49 – Relation instantanée mesurée entre la RAM (à gauche) ou la REM (à droite) et la pression acoustique basse-fréquence dans la zone A de la plaque de Pyrex fissurée.

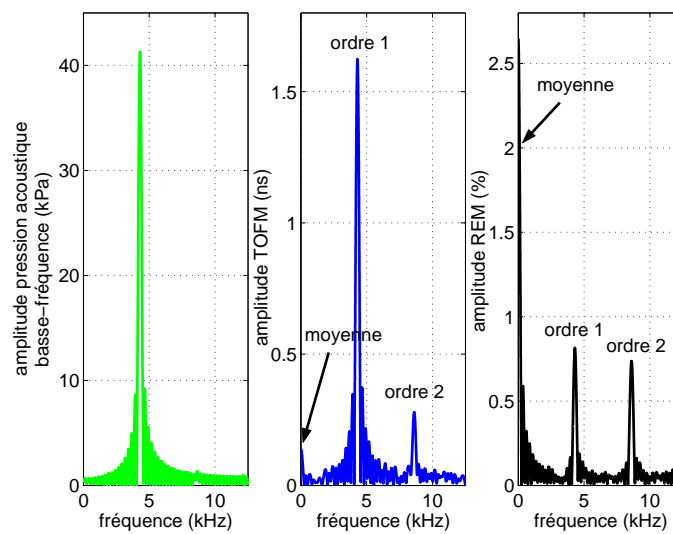


FIGURE 3.50 – Spectres de fréquence de la pression acoustique basse-fréquence, de la TOFM affranchie des effets dus à l'eau et de la REM obtenus pour la zone A de la plaque de Pyrex fissurée. Pour obtenir la valeur des amplitudes de modulation sur la partie des fréquences positives du spectre, celui-ci a été multiplié par 2. La valeur lue à la fréquence nulle doit donc être divisée par 2 pour obtenir la bonne valeur.

néaires dissipatifs par l'amplitude ou par l'énergie des impulsions ultrasonores. Les deux diagrammes instantanés ont des formes identiques mais les variations relatives en énergie sont égales au double de celles en amplitude, compte tenu de la définition de l'énergie.

Des effets non linéaires dissipatifs sont mesurés dans les trois zones, ils sont quantitativement similaires mais qualitativement différents (figures 3.49, 3.51 et 3.52). Ils sont en général plus forts en traction qu'en compression (figures 3.51 et 3.52), mais certaines zones peuvent cependant donner des comportements similaires en traction et en compression (figure 3.49). Le paramètre de non-linéarités acoustiques dissipatives  $\alpha_D$  est de l'ordre de  $4 \cdot 10^4$ , avec  $\Delta W/W = 2\%$  à 50 kPa. Cette valeur est proche de la valeur mesurée par la méthode NRUS autour de  $5 \cdot 10^4$  [42].

Par ailleurs, on constate que les effets non linéaires élastiques sont plus importants dans les régions où les plans des fissures sont relativement bien perpendiculaires à la direction de propagation ultra-

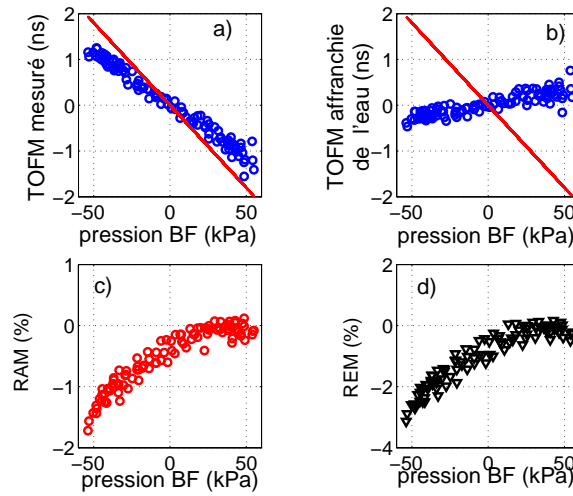


FIGURE 3.51 – Mesures obtenues dans la zone B de la plaque de Pyrex fissurée. a) variation instantanée du temps de vol ultrasonore (TOFM), b) variation instantanée du temps de vol ultrasonore affranchie des effets de l'eau (entre l'échantillon et les transducteurs ultrasonores), c) variation instantanée de l'amplitude des impulsions ultrasonores (RAM) et d) variation instantanée de l'énergie des impulsions ultrasonores (REM).

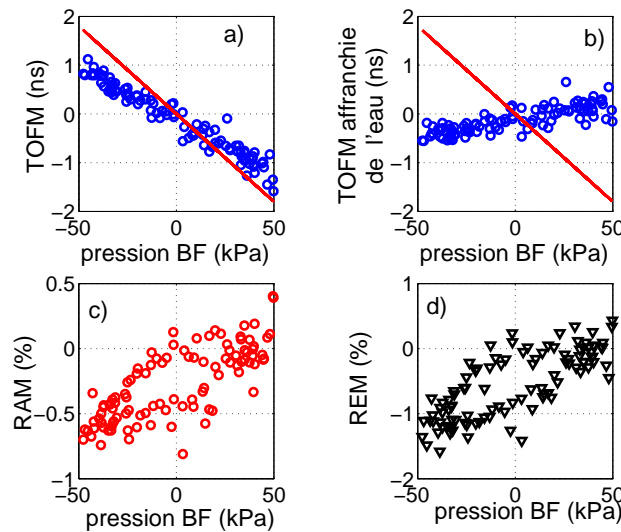


FIGURE 3.52 – Légende identique à la figure 3.51 pour la zone C de la plaque de Pyrex fissurée.

sonore, comme la zone A (figure 3.48). Ce constat est en accord avec la littérature (voir chapitre 2, partie 2.1.3.1). Pour la zone A, le paramètre de non-linéarité élastique quadratique  $\beta$  est de l'ordre de -2000. Lorsque les non-linéarités élastiques sont importantes, on constate également des comportements différents en traction et en compression (figure 3.48). Dans les régions B et C, on mesure les mêmes effets non linéaires élastiques que pour une plaque de Pyrex non fissurée (figures 3.51 et 3.52).

Les non-linéarités dissipatives sont généralement supérieurs aux effets non linéaires élastiques, comme

il a été constaté par des mesures en résonance non linéaire NRUS [42]. De fait, les effets non linéaires dissipatifs atteignent des variations relatives jusqu'à 2% alors que les non-linéarités élastiques relatives sont de l'ordre de 0.1% puisque le temps de vol dans la plaque de Pyrex est de l'ordre de  $1\mu s$  (figures 3.48, 3.51 et 3.52).

En conclusion, il existe des zones très fissurées qui ne produisent pas d'effets non linéaires mesurables, en particulier lorsque le plan des fissures est parallèle à la direction de propagation ultrasonore. Lorsque des effets non linéaires acoustiques sont mesurés, ils montrent des comportements très différents. Il n'est donc pas possible d'attribuer un unique comportement non linéaire au Pyrex fissuré. La réponse non linéaire acoustique du Pyrex fissuré est hautement hétérogène et anisotrope. En effet, les effets non linéaires acoustiques générés par une fissure dépendent de l'orientation du plan de la fissure par rapport à la direction de propagation des ondes de compression, de la taille de la fissure, de l'espacement entre les deux faces d'une fissure à la pression atmosphérique et de la rugosité des surfaces internes de la fissure.

Les difficultés rencontrées pour caractériser la non-linéarité acoustique de cette plaque de Pyrex fissurée avec un nombre limité de paramètres ( $\beta$  et  $\alpha_D$ ) laisse imaginer la complexité de la caractérisation de la non-linéarité acoustique d'un os trabéculaire pour lequel la quantité, la répartition et l'orientation des fissures emmurées dans le tissu sont inconnues *a priori*.

### 3.5.5.3 Silicone non fissuré

Comme pour le PMMA et la silice, un échantillon cylindrique (diamètre 30 mm et longueur 45 mm) de silicone a été utilisé et positionné de la même manière pour les mesures. La vitesse de propagation ultrasonore dans le silicone vaut 1020 m/s et sa masse volumique vaut 1120 kg/m<sup>3</sup> (Silastic S, Dow Corning). Le matériau possède donc une impédance acoustique plus faible que l'eau. L'analyse instantanée montre que les effets non linéaires élastiques générés par le silicone sont nettement plus importants que ceux créés par l'eau (figure 3.53).

Le paramètre non linéaire élastique quadratique  $\beta$  mesuré vaut  $15.5 \pm 1$ . Par ailleurs, aucune modulation de l'énergie (et de l'amplitude) des impulsions ultrasonores n'est mesurée. Comme pour la silice, une hystérésis est observée. La variation du temps de vol ultrasonore est en retard par rapport à l'onde acoustique basse-fréquence. Ce retard  $\tau = 1.5\mu s$  est probablement induit par la viscosité de volume linéaire du silicone. La viscosité de volume linéaire  $\eta_0$  correspondante vaut alors  $\eta_0 = K_0\tau$ , soit environ  $10^3$  Pa.s (pour une fréquence de l'onde pompe de 2940 Hz et avec  $K_0 = \rho_{silicone} c_{silicone}^2$ ). Pour comparaison, la viscosité de cisaillement vaut typiquement entre 10 et  $10^{10}$  Pa.s dans les élastomères [47].

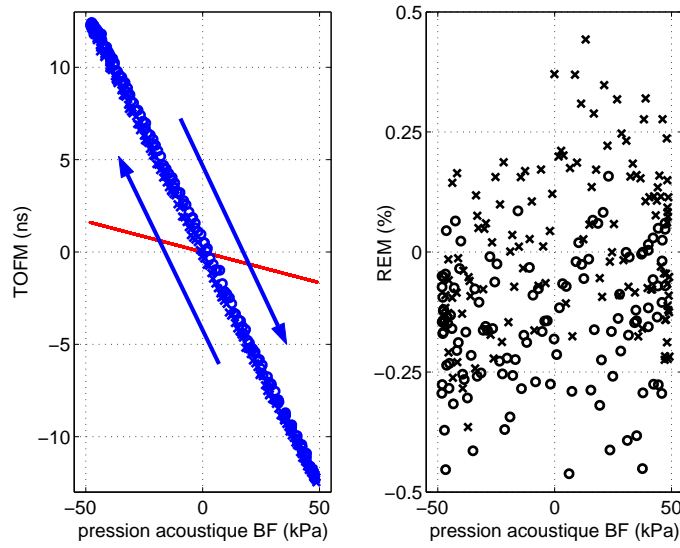


FIGURE 3.53 – Relations instantanées mesurées dans le silicone en fonction de la pression acoustique basse-fréquence instantanée; pour la variation du temps de vol ultrasonore (TOFM) et la variation relative de l'énergie des impulsions ultrasonores (REM). La droite en rouge représente le TOFM mesuré lorsque l'interaction non linéaire se fait uniquement dans l'eau. Les cercles indiquent la phase d'augmentation de la pression basse-fréquence alors que les croix indiquent la phase de diminution. La distance entre les transducteurs ultrasonores vaut 50 mm.

#### 3.5.5.4 Silicone fissuré

Le cylindre de silicone a été entaillé à l'aide d'un couteau à de nombreux endroits. Les plans des fissures ainsi créées sont normaux à la direction de propagation des impulsions ultrasonores. Pour s'assurer que tout l'air contenu dans les entailles est remplacé par de l'eau, le cylindre fissuré est dégazé plusieurs heures dans une enceinte à vide avant la mesure. Le paramètre non linéaire élastique quadratique  $\beta$  mesuré vaut maintenant  $17 \pm 1$  pour le silicone fissuré. Alors que les effets non linéaires élastiques ont peu augmenté après la création de fissures (figure 3.54), des effets non linéaires dissipatifs importants sont mesurés (figure 3.54) alors qu'ils n'existaient pas dans le silicone non fissuré (figure 3.53).

Les variations de l'énergie des impulsions ultrasonores montrent une relation linéaire avec la pression acoustique basse-fréquence et une valeur non-nulle pour une pression acoustique basse-fréquence nulle. Le paramètre de non-linéarités acoustiques dissipatives vaut  $\alpha_D = 1900$ , avec  $\Delta W/W = 8\%$  et  $\epsilon_{pompe} = p_{pompe}/K_0$ .  $\alpha_D$  atteint des valeurs entre  $10^4$  et  $10^5$  dans les roches, des matériaux granulaires ou endommagés, soit des valeurs de  $\alpha_Q$  entre  $10^2$  et  $10^3$  [42][48]. D'autre part, les variations non linéaires élastiques relatives sont de l'ordre de 0.04% (car le temps de vol ultrasonore vaut  $47.4\mu s$ ), par conséquent les variations relatives non linéaires dissipatives sont deux ordres de grandeur supérieures aux variations relatives non linéaires élastiques.

En outre, le retard de la modulation du temps de vol ultrasonore par rapport à la pression acoustique

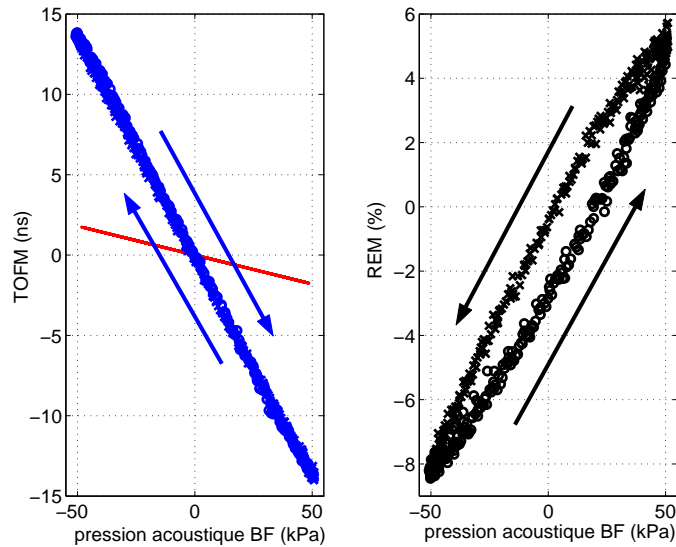


FIGURE 3.54 – Légende identique à la figure 3.53 pour le cylindre de silicone fissuré.

basse-fréquence vaut maintenant  $0.8 \mu\text{s}$ . Cette valeur est légèrement inférieure à celle mesurée dans le silicone non fissuré. Par ailleurs, la modulation de l'énergie des impulsions ultrasonores présente également une hystérésis. Ainsi, une partie des hystérésis peut être attribuée à la présence des fissures, l'autre partie est due aux effets visco-élastiques linéaires.

En conclusion, la création de fissures dans le silicone, dont les plans sont perpendiculaires à la direction de propagation de l'onde sonde ultrasonore, produit une légère augmentation des effets non linéaires élastiques et fait apparaître des non-linéarités acoustiques dissipatives importantes.

### 3.5.6 Milieu granulaire non consolidé constitué de billes de verre et saturé en eau

Dans le but d'étudier les effets non linéaires acoustiques générés par des contacts pouvant s'ouvrir et se fermer, des mesures ont été effectuées dans un milieu constitué de billes de verre et saturé en eau. Pour un milieu granulaire non consolidé saturé d'un fluide dont l'impédance acoustique est du même ordre de grandeur que celle du matériau constituant les grains (cas d'un milieu de billes de verre saturé d'eau, par opposition au cas d'un milieu de billes de verre saturé en air), l'énergie acoustique transmise au milieu se propage par un mode solidien et par un mode fluide. L'atténuation d'une onde acoustique de longueur d'onde supérieure au diamètre des grains peut être décrite de façon simplifiée en disant que la propagation dans le milieu granulaire s'effectue principalement dans le fluide et que l'atténuation trouve son origine dans la diffusion par les grains [49][50][51].

Pour un milieu granulaire non consolidé constitué de billes de verre sphériques de même diamètre, il existe une fréquence critique  $f_c$  au-delà de laquelle les ondes acoustiques deviennent évanescentes.

Cette fréquence critique ou fréquence de coupure du milieu correspond à la fréquence pour laquelle la longueur d'onde acoustique est proche de la périodicité spatiale du milieu. Pour une chaîne de billes unidimensionnelle, la fréquence critique est donnée par [52] :

$$f_c = \frac{3F_0^{1/6}}{4\pi^{3/2}\rho^{1/2}R^{4/3}} \left( \frac{4E}{3(1-\nu^2)} \right)^{1/3},$$

où  $F_0$ ,  $R$ ,  $\rho$ ,  $E$  et  $\nu$  sont respectivement la force statique exercée sur la chaîne de billes unidimensionnelle, le rayon des billes, la masse volumique, le module d'Young et le coefficient de Poisson du matériau constituant les billes.

Le milieu se comporte comme un filtre fréquentiel de type passe-bas de fréquence de coupure  $f_c$ . Pour des billes de verre de diamètre moyen égal à  $250\mu\text{m}$ , cette fréquence critique est de l'ordre de 3 MHz, avec  $F_0 = 20\text{N}$  (soit une pression de 15 kPa appliquée sur une surface carrée de 4 cm de côté). Notons que cette fréquence de coupure varie avec la contrainte statique à la puissance 1/6. Néanmoins, la fréquence de coupure mesurée se situe entre 1.5 et 2 MHz (figure 3.55), elle est donc 2 fois inférieure à la valeur théorique pour un milieu unidimensionnel. Ce constat a également été fait dans des billes de verre saturées en air, la valeur inférieure de la fréquence de coupure a été attribuée au désordre du milieu tridimensionnel [53].

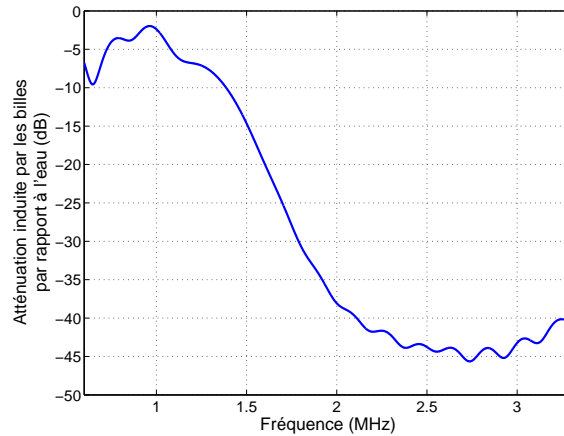


FIGURE 3.55 – Spectre d'amplitude de l'atténuation induite par les billes de verre de diamètre 200-300 microns par rapport à l'atténuation dans l'eau entre 600 kHz et 3.2 MHz. La fréquence de coupure du milieu granulaire se situe entre 1.5 et 2 MHz. L'atténuation a été mesurée en utilisant une impulsion ultrasonore émise par un transducteur large bande de fréquence de résonance à 2 MHz.

La compacité d'un milieu tridimensionnel de grains sphériques non consolidés désordonnés varie entre 0.56 et 0.64 [52]. L'application de secousses sur le milieu augmente progressivement la compacité d'un tel milieu [53]. Dans le même temps, pour un milieu constitué de billes de verre saturé en air, la vitesse de propagation ultrasonore augmente et l'atténuation des ondes acoustiques de fréquence inférieure à la fréquence critique diminue. Quant aux effets non linéaires élastiques et dissipatifs me-



surés en résonance (méthode NRUS), ils diminuent lorsque la compacité augmente [53].

Les mesures ont été menées dans un milieu constitué de billes de verre de diamètres compris entre 200 et 300  $\mu\text{m}$  et saturé en eau. Les billes sont maintenues dans un récipient cubique en PMMA de largeur extérieure égale à 5 cm et dont l'épaisseur des parois mesure 5 mm (le même que celui utilisé pour le miel, voir figure 3.56), placé dans la zone d'interaction des faisceaux acoustiques basse-fréquence et ultrasonore, environ 4 cm sous le piston. Aussi, les billes occupent un volume cubique de 4 cm de côté. Pour s'assurer qu'aucune bulle d'air n'est présente dans le milieu, le récipient rempli de billes de verre et d'eau est dégazé quelques heures dans une enceinte où le vide est effectué.

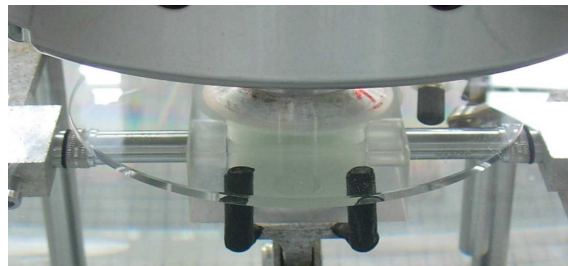


FIGURE 3.56 – Photo du montage utilisé pour la mesure dans les milieux granulaires non consolidés. En haut, le pot vibrant relié au disque en verre. Au centre, le récipient en PMMA contenant des billes de verre, maintenu par une pince. De part et d'autre du récipient, les transducteurs ultrasonores émetteur et récepteur sont maintenus sur un cadre métallique.

La fréquence centrale des impulsions ultrasonores vaut 600 kHz et la fréquence de l'onde basse-fréquence vaut 2900 Hz. La longueur d'onde ultrasonore dans l'eau égale à 2.5 mm est dix fois supérieure à la taille des billes de verre.

Au-delà d'une amplitude de pression acoustique basse-fréquence de 20 kPa, le mouvement des billes est nettement visible à l'œil et le milieu semble se réarranger à chaque tir de l'onde basse-fréquence. C'est pourquoi l'amplitude de l'onde basse-fréquence ne dépassera pas cette valeur.

La vitesse de propagation (vitesse de groupe mesurée par le début du signal) vaut 1730 m/s. Cette vitesse de groupe, légèrement supérieure à celle dans l'eau, montre que l'onde se propage à la fois dans l'eau et dans les billes de verre. L'atténuation ultrasonore autour de 600 kHz des billes de verre saturées d'eau est relativement faible puisque l'amplitude des impulsions ultrasonores est diminuée d'un facteur 2 lorsque le récipient est rempli des billes de verre, par rapport au cas où le récipient contient uniquement de l'eau.

### 3.5.6.1 Analyse instantanée

Les diagrammes instantanés obtenus dans les billes de verre saturées en eau sont présentés dans la figure 3.57 pour 4 amplitudes différentes de l'onde pompe. Il apparaît que les modulations instantanées du temps de vol ultrasonore et de l'amplitude des impulsions ultrasonores sont en opposition de phase

avec la pression acoustique basse-fréquence instantanée. De plus, une hystérésis importante apparaît pour les modulations du temps de vol et de l'amplitude des impulsions ultrasonores. On remarque que les variations du temps de vol ultrasonore sont plus d'un ordre de grandeur supérieures à celles mesurées dans l'eau pour une même distance d'interaction.

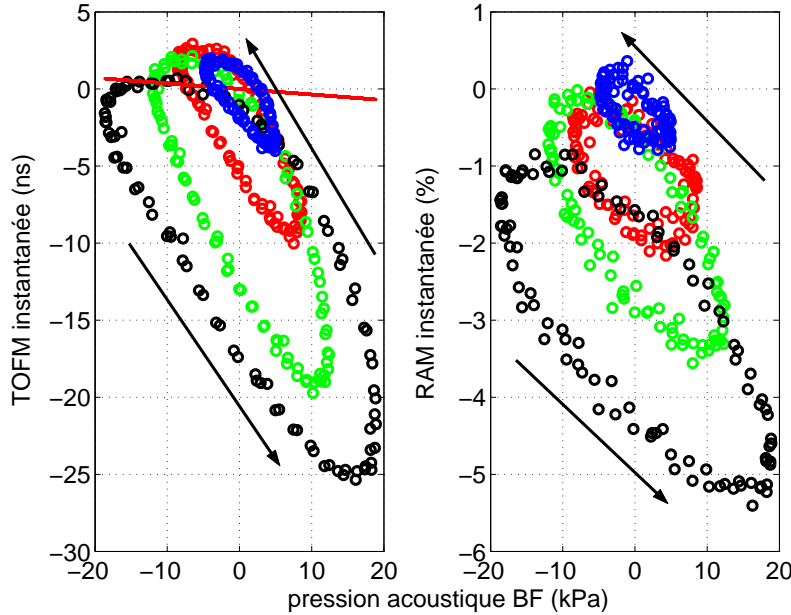


FIGURE 3.57 – Relations instantanées mesurées dans les billes de verre de diamètre 200-300  $\mu\text{m}$  en fonction de la pression acoustique basse-fréquence instantanée, pour la variation du temps de vol ultrasonore (TOFM) et la variation relative de l'amplitude des impulsions ultrasonores (RAM) pour 4 amplitudes croissantes de l'onde pompe basse-fréquence. La droite en rouge représente le TOFM mesuré lorsque l'interaction non linéaire se fait uniquement dans l'eau sur la même distance de propagation.

De fait, le paramètre non linéaire élastique quadratique  $\beta$  du milieu constitué de billes de verre et saturé en eau vaut entre 300 et 1000, avec  $\rho = 0.6 \times 2500 + 0.4 \times 1000 = 1900 \text{ kg/m}^3$  (en considérant une compacité de 60%) et  $c = 1730 \text{ m/s}$ . Cette valeur élevée de  $\beta$  est en accord avec des travaux antérieurs [53][54]. De plus, compte tenu de la forme du diagramme instantané reliant la TOFM à la pression acoustique BF (figure 3.57), le paramètre de non-linéarité élastique cubique est négatif,  $\delta$  est de l'ordre de  $-10^7$ .

D'après l'équation 3.1, les variations relatives du module élastique effectif du milieu constitué des billes de verre saturées en eau atteignent 0.1% pour une pression acoustique basse-fréquence de 20 kPa. En revanche, les variations relatives de l'énergie des impulsions ultrasonores approchent 4%. Le paramètre de non-linéarités acoustiques dissipatives  $\alpha_D$  est de l'ordre de  $10^4$ , avec  $\Delta W/W = 4\%$  à 20 kPa.

La modélisation de telles variations du temps de vol ultrasonore (figure 3.57) n'est pas possible avec le modèle simple exposé dans la partie 3.4.5.2, prenant en compte la non-linéarité élastique cubique et la non-linéarité élastique hystérétique quadratique. On remarque en outre que la relation

instantanée entre la variations du temps de vol ultrasonore et la pression acoustique basse-fréquence est plus linéaire (comportement non linéaire élastique quadratique) pendant la phase d'augmentation de la pression de l'onde pompe que durant la phase de diminution. Cette courbure dans la phase de décroissance de la pression acoustique basse-fréquence pourrait être due à une dilatation « spontanée » des billes au moment où la pression acoustique basse-fréquence change son sens de variation.

Au contraire, le diagramme instantané de la variation relative de l'énergie des impulsions ultrasonores ressemble à une ellipse. Par conséquent, la variation relative de l'énergie des impulsions ultrasonores serait une fonction linéaire de la pression acoustique basse-fréquence, retardée dans le temps.

L'origine des non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives est probablement une modification dynamique (à la fréquence de l'onde pompe basse-fréquence) de l'architecture tridimensionnelle des billes (nombre de contacts, compacité). De fait, la compacité est un déterminant des propriétés acoustiques linéaires et non linéaires d'un milieu granulaire non consolidé constitué de billes de verre sphériques [53].

### 3.5.6.2 Analyse fréquentielle : mesure par variation quasi-statique de l'amplitude de l'onde pompe

Dans le cas d'une variation quasi-statique de l'amplitude de l'onde pompe basse-fréquence (voir partie 3.4.1), on observe un point d'inflexion sur la valeur constante, l'ordre 1 et l'ordre 2 de la modulation du temps de vol ultrasonore (figure 3.58).

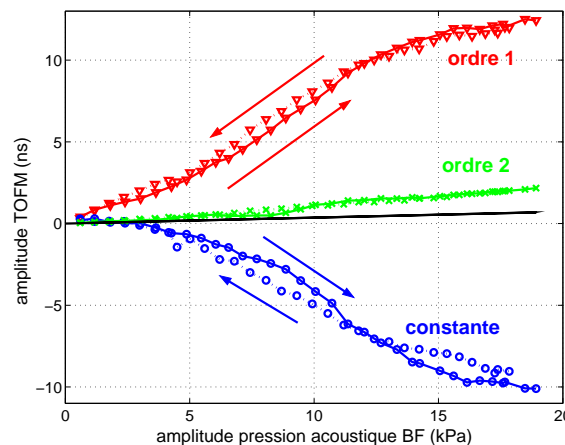


FIGURE 3.58 – Mesure de la valeur moyenne (constante) et des amplitudes de modulation du temps de vol ultrasonore (TOFM) à la fréquence de l'onde acoustique basse-fréquence (ordre 1) et à la fréquence double (ordre 2) dans les billes de verre de diamètre 200-300 microns saturées en eau pour une variation quasi-statique de l'amplitude de l'onde pompe. Le trait continu indique la phase d'augmentation de l'amplitude de l'onde pompe et le trait pointillé la phase de descente. La droite noire indique les effets non linéaires générés par de l'eau uniquement sur la même distance d'interaction.

Cette sigmoïde apparaît également sur la valeur constante et l'ordre 1 de la modulation relative de l'amplitude des impulsions ultrasonores (figure 3.59). Ces points d'inflexion sont une conséquence

du point d'inflexion observé lors d'une mesure acousto-élastique dans les roches ou les milieux granulaires non consolidés (voir chapitre 2, partie 2.1.3.1). En effet, dans le cas où le point d'inflexion se produit à une pression supérieure à la pression atmosphérique, une variation sinusoïdale de la pression autour de la pression atmosphérique produit une vitesse de propagation moyenne et une amplitude de variation de la vitesse de propagation qui décrivent des sigmoïdes lorsque l'amplitude de variation de la pression augmente. En outre, le paramètre de non-linéarité élastique quadratique  $\beta$  est proportionnel au coefficient directeur de la dérivée première de l'amplitude de TOFM à l'ordre 1 par rapport à l'amplitude de la pression acoustique basse-fréquence. Par conséquent, il n'existe pas de valeur unique pour ce paramètre de non-linéarité élastique. D'après la figure 3.58,  $\beta$  est maximal ( $\beta = 570$ ) au niveau du point d'inflexion pour une amplitude de pression acoustique basse-fréquence d'environ 8 kPa. La valeur de  $\beta$  augmente jusqu'à 8 kPa puis diminue au delà du point d'inflexion.

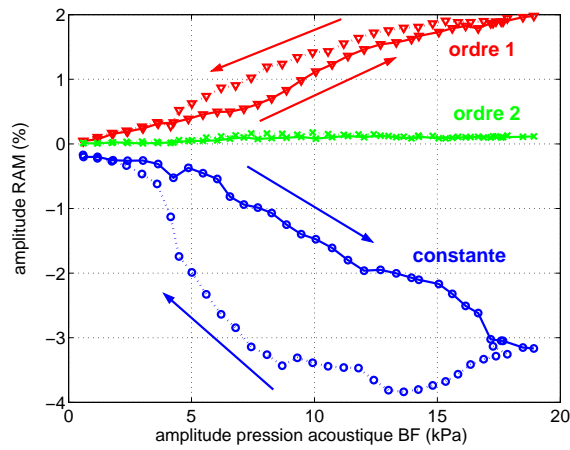


FIGURE 3.59 – Légende identique à la figure 3.58 pour la modulation de l'amplitude des impulsions ultrasonores (RAM).

### 3.5.6.3 Analyse fréquentielle : mesure par variation dynamique de l'amplitude de l'onde pompe

Les figures 3.60 et 3.61 présentent l'analyse fréquentielle des effets non linéaires acoustiques dans le cas d'une variation dynamique de l'amplitude de la pression acoustique basse-fréquence, en utilisant la mesure où l'amplitude de l'onde pompe est maximale (18 kPa). Pour ce cas, on n'observe pas de point d'inflexion significatif. Le paramètre de non-linéarité élastique quadratique  $\beta$  vaut environ 330.

Ainsi, le milieu constitué de billes de verre et saturé en eau montre des effets non linéaires acoustiques qui évoluent de façon différente lorsque l'amplitude de l'onde basse-fréquence varie de manière quasi-statique ou dynamique (voir 3.4.1). Une conséquence de ces observations est qu'à une amplitude de pression acoustique basse-fréquence donnée, le paramètre de non-linéarité élastique quadratique possède une valeur différente pour une variation dynamique ou quasi-statique.

Lors de la mesure quasi-statique, la valeur moyenne et les amplitudes aux ordres 1 et 2 sont calculées

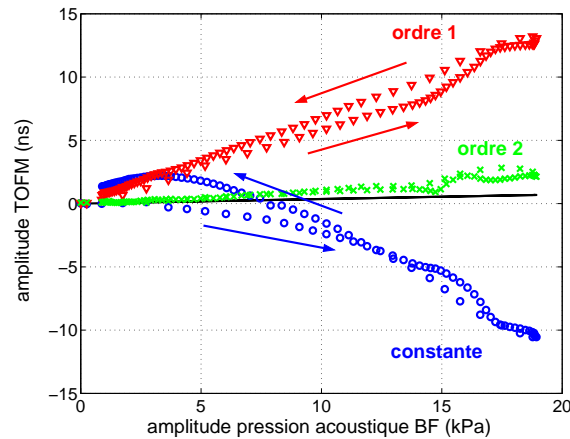


FIGURE 3.60 – Mesure de la valeur moyenne (constante) et des amplitudes de modulation du temps de vol ultrasonore (TOFM) à la fréquence de l’onde acoustique basse-fréquence (ordre 1) et à la fréquence double (ordre 2) dans les billes de verre de diamètre 200-300 microns saturées en eau pour une variation dynamique de l’amplitude de l’onde pompe. La droite noire indique les effets non linéaires générés par de l’eau uniquement sur la même distance d’interaction.

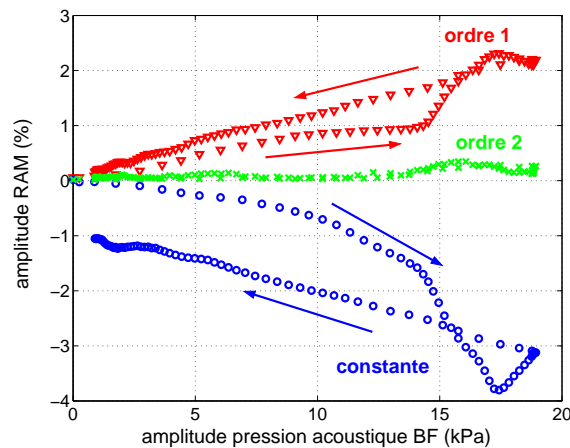


FIGURE 3.61 – Légende identique à la figure 3.60 pour la modulation de l’amplitude des impulsions ultrasonores (RAM).

toujours dans la même fenêtre temporelle d’analyse, lorsque l’amplitude de la pression basse-fréquence est à son maximum, pour chaque niveau de l’onde acoustique basse-fréquence (figure 3.23). Pour ce type de mesure, on observe une très faible hystérésis entre la montée et la descente. Cependant, pour une mesure dynamique, la valeur moyenne et les amplitudes aux ordres 1 et 2 sont calculées dans une fenêtre temporelle glissante. Pour ce type de mesure, on observe des hystérésis plus importants entre la montée et la descente (figures 3.60 et 3.61). Et, compte tenue de la forme d’onde résonante de l’onde basse-fréquence (figure 3.5), la vitesse de variation de l’amplitude de l’onde basse-fréquence est différente lors de la montée et lors de la descente. Lors de la montée, l’amplitude augmente très rapidement d’abord puis plus lentement jusqu’à atteindre le maximum. Au contraire, lors de la descente, l’amplitude diminue très rapidement d’abord puis plus lentement jusqu’à la valeur nulle. Ces

différences pourraient être responsables des hystérésis mesurées sur les effets non linéaires acoustiques lors d'une analyse par variation dynamique de l'amplitude de l'onde pompe.

En conclusion, pour un milieu granulaire non consolidé constitué de billes de verre sphériques et saturé en eau, l'importance des non-linéarités acoustiques dépend de la vitesse de variation et du sens de variation de l'amplitude de l'onde acoustique pompe basse-fréquence.

#### 3.5.6.4 Dynamique lente

Après le passage de l'onde acoustique basse-fréquence, on remarque que le temps de vol et l'atténuation des impulsions ultrasonores mettent un certain temps à retrouver une valeur stable (figure 3.62). Ce phénomène est appelé dynamique lente (« slowdynamics » en anglais).

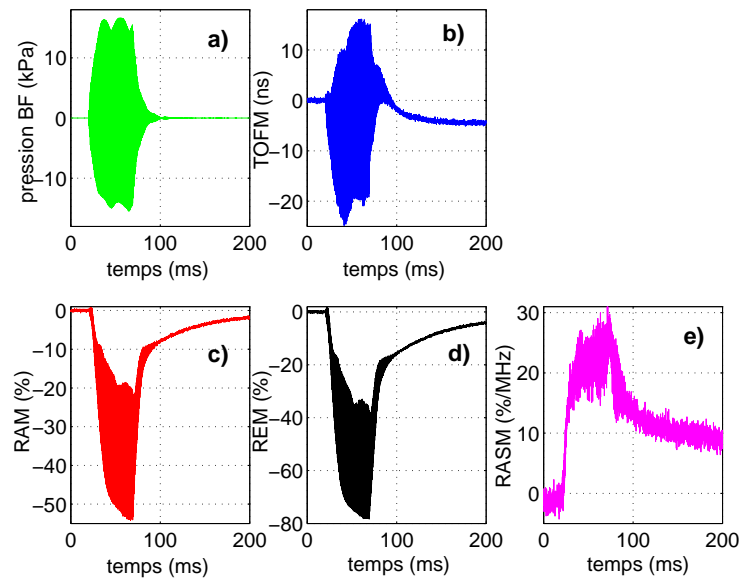


FIGURE 3.62 – Effets de dynamique lente mesurés dans les billes de verre saturées en eau. L'excitation basse-fréquence dure 40 ms. a) pression acoustique basse-fréquence, b) variation du temps de vol ultrasonore (TOFM), c) variation relative de l'amplitude des impulsions ultrasonores (RAM), d) variation relative de l'énergie des impulsions ultrasonores (REM), e) variation relative de la pente de la dépendance en fréquence de l'atténuation (RASM : Relative Attenuation Slope Modulation). La durée caractéristique de dynamique lente pour le TOFM (100 ms) est plus courte que celle des effets dissipatifs (plusieurs centaines de millisecondes).

Le temps caractéristique de stabilisation du temps de vol ultrasonore est de l'ordre de 100 ms. Cette durée est néanmoins plus élevée pour l'atténuation ultrasonore, elle vaut plusieurs centaines de millisecondes. Les durées de recouvrement sont généralement beaucoup plus longues (de l'ordre de  $10^3$  secondes) pour les matériaux granulaires consolidés, les matériaux granulaires non consolidés saturés en air et soumis à une compression statique, et les solides fissurés (voir chapitre 2, partie 2.1.2.2).

On remarque également que la pente de la dépendance en fréquence de l'atténuation est modulée

par l'onde acoustique basse-fréquence (figure 3.62). D'autre part, après le passage de l'onde pompe, le temps de vol ultrasonore, l'atténuation ultrasonore et la pente de la dépendance en fréquence de l'atténuation ultrasonore retrouvent des valeurs différentes de celles avant l'excitation basse-fréquence (figure 3.63). Par conséquent, l'amplitude de l'onde pompe était suffisante pour modifier l'arrangement spatial du milieu granulaire non consolidé, et donc l'ensemble de ses propriétés acoustiques linéaires.

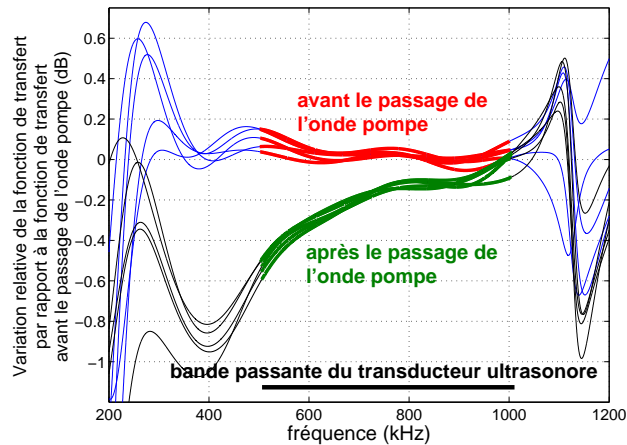


FIGURE 3.63 – Variation relative de la dépendance en fréquence de l'atténuation du milieu (fonction de transfert) par rapport à cette dépendance mesurée avant le passage de l'onde pompe (pour les impulsions ultrasonores avant le passage de l'onde pompe, on obtient donc 0 dB). Après le passage de l'onde acoustique basse-fréquence, l'atténuation du milieu et la pente de la dépendance en fréquence de l'atténuation sont légèrement plus importantes.

### 3.5.6.5 Influence du diamètre des billes ou du rapport entre la longueur d'onde ultrasonore et le diamètre des billes

Les mesures ont également été réalisées dans des billes de verre de diamètre entre 75 et 150 micromètres et de diamètre 1.8 mm avec des impulsions ultrasonores de fréquence centrale à 600 kHz. Pour les billes de diamètre 75-150 microns, la vitesse de groupe des impulsions ultrasonores de fréquence centrale égale à 600 kHz est de l'ordre de 1850 m/s et l'atténuation est légèrement inférieure à celle mesurée dans les billes de diamètre 200-300 microns. Pour les billes de diamètre 1.8 mm, la vitesse de propagation (vitesse de groupe) est de l'ordre de 1680 m/s pour une impulsion de fréquence centrale égale à 600 kHz et l'atténuation est nettement plus importante que celle mesurée dans les billes de diamètre 200-300 microns. Les effets non linéaires acoustiques mesurés dans les billes de diamètres 75-150 microns et 1.8 mm sont qualitativement et quantitativement proches des résultats obtenus dans les billes de diamètre 200-300 microns.

De même, l'émission d'impulsions ultrasonores de fréquence centrale à 2.1 MHz (mesurée dans l'eau) dans un milieu granulaire constitué de billes de verre de diamètre 200-300 micromètres conduit à



des effets non linéaires acoustiques similaires au cas d'impulsions ultrasonores de fréquence centrale à 600 kHz. Après propagation à travers les billes, la fréquence centrale des impulsions devient 1.35 MHz car la fréquence de coupure de ce milieu se situe entre 1.5 et 2 MHz.

### 3.5.6.6 Résultats dans le sable saturé en eau

Enfin, des mesures ont été réalisées dans du sable saturé en eau. Les grains de sables ont des formes et des tailles très hétérogènes (figure 3.64). Compte tenu de l'atténuation ultrasonore élevée dans le sable, la fréquence centrale des impulsions ultrasonores est réglée à 200 kHz.

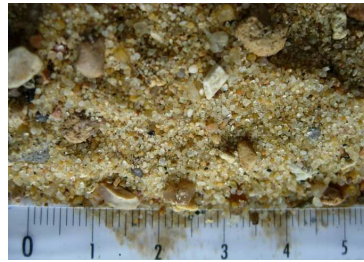


FIGURE 3.64 – Photo du sable utilisé pour les mesures. La taille des grains varie entre moins d'un millimètre et 5 à 10 mm.

Le diagramme instantané obtenu pour la TOFM est très proche de ceux obtenus dans un milieu de billes de verre sphériques de même diamètre (figure 3.65). Néanmoins, le diagramme instantané obtenu pour la REM présente une forme de papillon, différente de la TOFM.

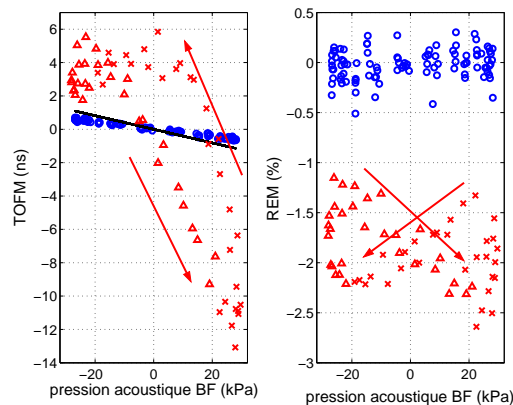


FIGURE 3.65 – Relations instantanées mesurées avec le récipient sans sable (cercles bleus) et avec le récipient rempli de sable saturé en eau (triangle et croix rouges) en fonction de la pression acoustique basse-fréquence instantanée ; pour la variation du temps de vol ultrasonore (TOFM) et la variation relative de l'énergie des impulsions ultrasonores (REM). La droite en noir représente le TOFM théoriquement mesuré lorsque l'interaction non linéaire se fait uniquement dans l'eau.

### 3.5.7 Tableau récapitulatif des mesures acoustiques non linéaires

matériau	$K = \rho c^2$ (GPa)	élasticité NL (TOFM)	dissipation NL (REM)	asymétrie Traction-Compression (TOFM ou REM)
eau	2.2	$\beta = 4.85$ [ $\beta_{litt} = 5$ ]	non	non
PMMA	9	$\beta = 11$ [ $\beta_{litt} = 12 - 15$ ]	non	non
mousses	2.3	$\beta = 4$	non	non
miel	8	$\beta = -18$	non	non
silice	90	$\beta = -16$ [ $\beta_{litt} = -7; -13$ ]	non	non
silicone non-fissuré	1	$\beta = 15.5$	non	non
silicone fissuré	1	$\beta = 17$	$\alpha_D = 1900$	OUI
pyrex fissuré (zone A)	90	$\beta = -2000$ [ $\beta_{litt} = 10^2 - 10^3$ ]	$\alpha_D = 4.10^4$ [ $litt : 10^4 - 10^5$ ]	OUI
billes de verre	6	$\beta = 300-1000, \delta = -10^7$ [ $\beta_{litt} = 10^3$ ]	$\alpha_D = 10^4$ [ $litt : 10^4 - 10^5$ ]	OUI

TABLE 3.1 – Tableau récapitulatif des mesures acoustiques non linéaires (l’incertitude de la mesure des paramètres vaut 6% pour l’eau et 15% pour les autres matériaux).

### 3.5.8 Conclusions

La méthode expérimentale d'acousto-élasticité dynamique basse-fréquence permet d'observer les comportements non linéaires élastiques quadratiques dans les fluides et les solides homogènes non-poreux et à porosité connectée élevée non endommagés, induits par l'effet acousto-élastique thermodynamique. Dans ces matériaux, on ne mesure pas de non-linéarités acoustiques dissipatives.

Dans les matériaux fissurés, les non-linéarités acoustiques dissipatives existent et les modulations relatives induites sont plus importantes que pour les non-linéarités acoustiques élastiques. Néanmoins, si la porosité du milieu sondé est trop élevée, il semble que d'éventuels effets non linéaires acoustiques, induits par l'ouverture et la fermeture du contact entre les deux parties de poutres sectionnées, ne puissent pas être mesurés par le dispositif expérimental, car trop faibles.

Dans les milieux granulaires non consolidés, les non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives sont très importantes et les relations instantanées entre les effets non linéaires et la pression acoustique basse-fréquence montrent des hystérésis.

Finalement, **l'existence d'effets non linéaires dissipatifs et l'existence d'une asymétrie traction/compression des effets non linéaires élastiques sont 2 indicateurs de la présence de fissures ou de contacts entre grains.**

Enfin, les effets visco-élastiques linéaires liés à la viscosité de volume peuvent induire une hystérésis dans la relation instantanée entre la modulation du temps de vol ultrasonore et la pression acoustique basse-fréquence. D'autre part, les effets visco-élastiques non linéaires pourraient produire des effets qui entrent en compétition avec les effets non linéaires élastiques. Selon l'importance de la viscosité non linéaire, le paramètre de non-linéarité « visco-élastique » quadratique pourrait changer de signe, comme dans le miel et la silice.

L'ensemble de ces résultats expérimentaux permettra de mieux comprendre, en faisant des analogies, les effets non linéaires acoustiques mesurés dans l'os trabéculaire.

## Bibliographie

- [1] G. Renaud, S. Callé, J.-P. Remenieras, and M. Defontaine. Non-linear acoustic measurements to assess crack density in trabecular bone. *International Journal of Non-Linear Mechanics*, 43(3) :194–200, 2008.
- [2] S. Callé, J.-P. Remeniéras, O. Bou Matar, M. Defontaine, and F. Patat. Application of nonlinear phenomena induced by focused ultrasound to bone imaging. *Ultrasound Med Biol.*, 29(3) :465–472, 2003.
- [3] E.C. Everbach and R.E. Apfel. An interferometric technique for b/a measurement. *J. Acoust. Soc. Am.*, 98(6) :3428–3438, 1995.
- [4] Z. Zhu, M.S. Roos, W.N. Cobb, and K. Jensen. Determination of the acoustic nonlinearity parameter b/a from phase measurements. *J. Acoust. Soc. Am.*, 74 :1518–1521, 1983.
- [5] V.A. Zverev and A.I. Kalachev. Modulation of sound by sound in the interaction of sound waves. *Soviet Physics Acoustics*, 16(2) :204–208, 1970.

- 
- [6] X. Jacob, C. Christophe Barrière, and D. Royer. Acoustic nonlinearity parameter measurements in solids using the collinear mixing of elastic waves. *Appl. Phys. Lett.*, 82(6) :886–888, 2003.
  - [7] C. Barrière and D. Royer. Diffraction effects in the parametric interaction of acoustic waves : application to measurements of the nonlinearity parameter  $b/a$  in liquids. *IEEE Trans.Ultrason., Ferroelect., Freq.Contr.*, 48(6) :1706–1715, 2001.
  - [8] N. Ichida, T. Sato, and M. Linzer. Imaging the nonlinear parameter of the medium. *Ultrason. Imaging*, 5 :295–299, 1983.
  - [9] N. Ichida, T. Sato, H. Miwa, and K. Murakami. Real-time nonlinear parameter tomography using impulsive pumping waves. *IEEE Trans. Sonics and Ultrasonics*, SU-31(6) :635–641, 1984.
  - [10] A. Kato and Y. Watanabe. Measurement method of spatial distribution of nonlinearity parameter  $b/a$  using nonlinear interaction of two sound waves. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 32 :2274–2278, 1993.
  - [11] C.A. Cain. Ultrasonic reflection mode imaging of the nonlinear parameter  $b/a$  : I. a theoretical basis. *J. Acoust. Soc. Am.*, 80(1) :28–32, 1986.
  - [12] G. Gremaud, M. Bujard, and W. Benoit. The coupling technique : A two-wave acoustic method for the study of dislocation dynamics. *J. Appl. Phys.*, 61(5) :1795–1805, 1987.
  - [13] P.B. Nagy. Fatigue damage assessment by nonlinear materials characterization. *Ultrasonics*, 36 :375–381, 1998.
  - [14] O. Bou Matar, S. Dos Santos, M. Vila, and F. Vander Meulen. Acoustic nonlinear parameter measurement in solid with a contact phase modulation method. *Proceedings of IEEE Ultrasonics symposium*, pages 881–884, 2002.
  - [15] A. Kato and Y. Watanabe. Diffraction effect on phase deviation caused by nonlinear interaction between two sound waves in measuring spatial distribution of nonlinearity parameter  $b/a$ . *Jpn. J. Appl. Phys.*, 33 :2922–2928, 1994.
  - [16] H.O. Berktaay and J.A. Shooter. Parametric receivers with spherically spreading pump waves. *J. Acoust. Soc. Am.*, 54(4) :1056–1061, 1973.
  - [17] P.M. Morse and K.U. Ingard. *Theoretical Acoustics*. Princeton University Press, 1968.
  - [18] G.S. Kino. *Acoustic waves : devices, imaging and analog signal processing*. Prentice Hall, 1987.
  - [19] A.V. Oppenheim, R.W. Schaffer, and J.R. Buck. *Discrete-Time Signal Processing*. 1989.
  - [20] J.-Y. Rho. An ultrasonic method for measuring the elastic properties of human tibial cortical and cancellous bone. *Ultrasonics*, 34 :777–783, 1996.
  - [21] M.F. Hamilton and D.T. Blackstock. On the coefficient of nonlinearity  $\beta$  in nonlinear acoustics. *J. Acoust. Soc. Am.*, 83(1) :74–77, 1988.
  - [22] D.M. Stobbe. Acoustoelasticity in 7075-t651 aluminum and dependence of third order elastic constants on fatigue damage. Master’s thesis, School of Mechanical Engineering, Georgia Institute of Technology, Atlanta, USA, 2005.
  - [23] P.A. Johnson and T.J. Shankland. Nonlinear generation of elastic waves in granite and sandstone : Continuous wave and travel time observations. *J. Geophys. Res.*, 94(B12) :17,729–733, 1989.
  - [24] G. Renaud, S. Callé, J.-P. Remenieras, and M. Defontaine. Exploration of trabecular bone nonlinear elasticity using time-of-flight modulation. *IEEE Trans. UFFC*, 55(7) :1497–1507, 2008.
  - [25] T.A. Litovitz and C.M. Davis. *Physical Acoustics, vol. 2 part A, chapter 5*. 1964.
  - [26] T. Bourbié, O. Coussy, and B. Zinszner. *Acoustique des milieux poreux*. 1986.
  - [27] J. Gasparoux, D. Laux, J. Ferrandis, J.Y. and Attal, and P. Tordjeman. Large frequency bands viscoelastic properties of honey. *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, 153(1) :46–52, 2008.

- 
- [28] A. Kulmyrzaev and D.J. McClements. High frequency dynamic shear rheology of honey. *Journal of Food Engineering*, 45 :219–224, 2000.
  - [29] H.A. Barnes, J.F. Hutton, and K. Walters. *An Introduction to Rheology*. Elsevier, Amsterdam, 1989.
  - [30] J. Shen, D.J. Green, R.E. Tressler, and D.L. Shelleman. Stress relaxation of a soda lime silicate glass below the glass transition temperature. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 324(3) :277–288, 2003.
  - [31] C.M. Steele, P.H.H.M. Van Lieshout, and D.H. Goff. The rheology of liquids : A comparison of clinicians’s subjective impressions and objective measurement. *Dysphagia*, 18 :182–195, 2003.
  - [32] D. Wilhelm, M. Maring and H.W. Spiess. Fourier-transform rheology. *Rheol. Acta*, 37 :399–405, 1998.
  - [33] M.F. Hamilton and D.T. Blackstock. *Nonlinear Acoustics*. Academic Press, 1998.
  - [34] J.B. Walsh. The effect of cracks on the uniaxial elastic compression of rock. *J. Geophys. Res.*, 70 :399–411, 1965.
  - [35] K.R. McCall and R.A. Guyer. Equation of state and wave propagation in hysteretic nonlinear elastic materials. *J. Geophys. Res.*, 99(12) :23,887–23,897, 1994.
  - [36] V.Y. Zaitsev, V.E. Gusev, and Y.V. Zaytsev. Mutually induced variations in dissipation and elasticity for oscillations in hysteretic materials : Non-simplex interaction regimes. *Ultrasonics*, 43 :699–709, 2005.
  - [37] V. Aleshin, V. Gusev, and V.Y. Zaitsev. Propagation of acoustics waves of nonsimplex form in a material with hysteretic quadratic nonlinearity : Analysis and numerical simulations. *J. Computational Acoustics*, 12(3) :319–354, 2004.
  - [38] V. Gusev and V. Aleshin. Strain wave evolution equation for nonlinear propagation in materials with mesoscopic mechanical elements. *J. Acoust. Soc. Am.*, 112(6) :2666–2679, 2002.
  - [39] I. Céspedes, Y. Huang, J. Ophir, and S. Spratt. Methods for estimation of subsample time delays of digitized echo signals. *Ultrasonic Imaging*, 17 :142–171, 1995.
  - [40] L.P. Yaroslavsky. Signal sinc-interpolation : a fast computer algorithm. *Bioimaging*, 4 :225–231, 1996.
  - [41] A.B. Coppens, R.T. Beyer, M.B. Seiden, J. Donohue, F. Guepin, R.H. Hodson, and C. Townsend. Parameter of nonlinearity in fluids. ii. *J. Acoust. Soc. Am.*, 38 :797–804, 1965.
  - [42] P. Johnson and A. Sutin. Slow dynamics and anomalous nonlinear fast dynamics in diverse solids. *J. Acoust. Soc. Am.*, 117(1) :124–130, 2005.
  - [43] T.A. Read. The internal friction of single metal crystals. *Phys. Rev.*, 58 :371–380, 1940.
  - [44] A.B. Lebedev. Amplitude-dependant elastic-modulus defect in the main dislocation-hysteresis models. *Phys. of Solid state*, 41(7) :1105–1111, 1999.
  - [45] R.M. D’Angelo, K.W. Winkler, T.J. Plona, B.J. Landsberger, and D.L. Johnson. Test of hyperelasticity in highly nonlinear solids : Sedimentary rocks. *Phys Rev Let.*, 93(21) :214301,1–4, 2004.
  - [46] R.M. D’Angelo, K.W. Winkler, and D.L. Johnson. Three wave mixing test of hyperelasticity in highly nonlinear solids : Sedimentary rocks. *J. Acoust. Soc. Am.*, 123(2) :622–639, 2008.
  - [47] T. Araki and J.L. White. Shear viscosity of rubber modified thermoplastics : Dynamically vulcanized thermoplastic elastomers and abs resins at very low stress. *Polymer Engineering and Science*, 38(4) :590–595, 1998.
  - [48] R.A. Guyer, J. TenCate, and P. Johnson. Hysteresis and the dynamic elasticity of consolidated granular materials. *Phys Rev Let.*, 82(16) :3280–3283, 1999.
  - [49] J.H. Page, H.P. Schriemer, A.E. Bailey, and D.A. Weitz. Experimental test of the diffusion approximation for multiplied scattered sound. *Phys. Rev. E*, 52(3) :3106–3114, 1995.
  - [50] R.L. Weaver and W. Sachse. Diffusion of ultrasound in a glass bead slurry. *J. Acoust. Soc. Am.*, 97(4) :2094–2102, 1995.

- [51] K.W. Winkler and W.F. Murphy. Scattering in glass beads : effects of frame and pore fluid compressibilities. *J. Acoust. Soc. Am.*, 76(3) :820–825, 1984.
- [52] V. Tournat. *Effet non linéaire d’auto-démodulation d’amplitude dans les milieux granulaires : Théories et expériences*. PhD thesis, Université du Maine, Le Mans, France, 2003.
- [53] C. Inserra. *Caractérisation de la compaction granulaire par des méthodes acoustiques linéaires et non-linéaires*. PhD thesis, Laboratoire d’Acoustique de l’Université du Maine, Le Mans, 2007.
- [54] L. Ostrovsky and P.A. Johnson. Dynamic nonlinear elasticity in geomaterials. *Rivista del Nuovo Cimento*, 24 :1–46, 2001.





# Chapitre 4

## Résultats expérimentaux dans l'os trabéculaire du calcaneum

### Sommaire

---

<b>4.1</b>	<b>Propagation acoustique linéaire dans l'os trabéculaire . . . . .</b>	<b>225</b>
4.1.1	Ondes de compression rapide et lente, onde de cisaillement . . . . .	225
4.1.2	Atténuation et vitesse de propagation . . . . .	226
4.1.3	Sur l'influence de la moelle osseuse . . . . .	227
4.1.4	Normes concernant les niveaux de pression acoustique utilisables <i>in vivo</i> . .	227
<b>4.2</b>	<b>Mesure localisée des non-linéarités acoustiques sur calcaneum entier : étude préliminaire sur un calcaneum dégraissé par cuisson et trichloroéthylène . . . . .</b>	<b>228</b>
4.2.1	Méthodologie . . . . .	228
4.2.2	Analyse instantanée . . . . .	230
4.2.3	Analyses fréquentielle et instantanée avec variation quasi-statique et dynamique de l'amplitude de l'onde pompe . . . . .	233
4.2.4	Identification des sources de non-linéarités acoustiques dans l'os trabéculaire	237
<b>4.3</b>	<b>Mesure localisée des non-linéarités acoustiques sur calcaneum entier : étude sur huit calcaneums dégraissés au CO<sub>2</sub> supercritique . . . . .</b>	<b>238</b>
4.3.1	Résultats . . . . .	238
4.3.2	Discussion . . . . .	239
4.3.3	Problèmes de reproductibilité . . . . .	242
<b>4.4</b>	<b>Suivi du niveau d'endommagement induit mécaniquement par la mesure des non-linéarités acoustiques . . . . .</b>	<b>242</b>
4.4.1	Objectif et méthodes . . . . .	242
4.4.2	Protocole . . . . .	244
4.4.3	Endommagement par fatigue en compression . . . . .	245

4.4.4	Endommagement par compression quasi-statique . . . . .	249
4.4.5	Perspectives et optimisation de l'étude . . . . .	253
4.4.6	Objectivation du niveau d'endommagement par microscopie - Résultats préliminaires qualitatifs des échantillons fatigués en compression . . . . .	255
4.4.7	Tableau récapitulatif des mesures acoustiques non linéaires . . . . .	257
<b>Bibliographie . . . . .</b>		<b>259</b>

---

La méthode expérimentale de mesure des non-linéarités acoustiques décrite dans le chapitre 3 est appliquée à l'os trabéculaire du calcanéum. La propagation ultrasonore linéaire dans l'os trabéculaire est abordée dans une première partie. Ensuite, les résultats sur des échantillons de calcanéum entiers sont présentés et commentés. Enfin, la sensibilité du système de mesure au niveau d'endommagement du tissu osseux est étudiée sur un lot d'échantillons soumis à une fatigue en compression et sur un lot d'échantillons soumis à une compression quasi-statique.

## 4.1 Propagation acoustique linéaire dans l'os trabéculaire

### 4.1.1 Ondes de compression rapide et lente, onde de cisaillement

#### 4.1.1.1 Sur l'existence des ondes de compression rapide et lente

Dans les milieux à porosité connectée, comme l'os trabéculaire, il peut exister deux types d'onde de compression : l'onde rapide se propageant principalement dans la phase solide et l'onde lente se propageant principalement dans la phase fluide [1]. La propagation de l'onde longitudinale rapide n'a jamais pu être observée *in vivo* dans la direction médio-latérale<sup>1</sup> du calcanéum. Néanmoins, des études expérimentales *in vitro* ont montré que les deux types d'ondes longitudinales (rapide et lente) sont observables dans le cas où la direction de propagation correspond à la direction principale de l'alignement des travées [2][3]. Des simulations numériques de propagation tridimensionnelle dans l'os trabéculaire [4] ont confirmé ces observations (figure 4.1). Toutefois, cette direction de propagation n'est pas accessible à une mesure *in vivo* sur le calcanéum, car le positionnement face-à-face de deux transducteurs ultrasonores (émetteur et récepteur) n'y est pas possible.

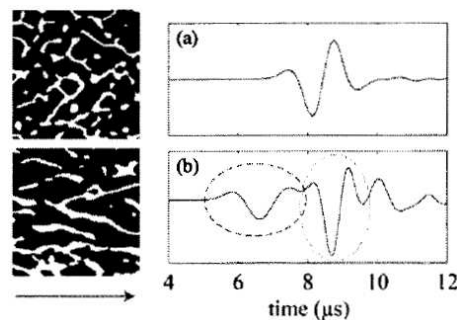


FIGURE 4.1 – Cette simulation numérique, pour un pulse de fréquence centrale 1 MHz, montre que deux ondes longitudinales se propagent dans la direction d'alignement des travées : une onde plus rapide que dans l'eau et une onde plus lente que dans l'eau. Dans la direction transversale aux travées (cas de la direction médio-latérale du calcanéum), une seule onde se propage [4].

1. La direction médio-latérale du calcanéum est la direction de propagation exploitée par les appareils de mesures *in vivo* de la vitesse de propagation et de l'atténuation ultrasonore.

#### 4.1.1.2 Sur l'existence des ondes de cisaillement

La propagation d'ondes de cisaillement dans l'os trabéculaire a été très peu étudiée à notre connaissance. Les ondes de cisaillement peuvent se propager dans la direction principale de l'alignement du réseau trabéculaire. L'atténuation des ondes de cisaillement est modérée lorsque l'os trabéculaire est saturé d'air, elle devient néanmoins plus importante lorsque l'os est saturé par un liquide car la transmission d'énergie acoustique entre le solide et le liquide par conversion de mode est efficace [5].

### 4.1.2 Atténuation et vitesse de propagation

#### 4.1.2.1 Sur l'atténuation

Dans un milieu biphasique (solide-fluide) à forte porosité connectée comme l'os trabéculaire, une onde acoustique subit généralement une atténuation supérieure à celle mesurée dans un milieu monophasique fluide ou solide. Dans le cas où la différence entre les impédances acoustiques fluide et solide n'est pas trop élevée, comme pour l'os trabéculaire, une partie de l'énergie acoustique se propage dans la phase fluide, l'autre partie dans la phase solide. L'atténuation est due, d'une part, à la diffusion induite par l'architecture de la phase solide et, d'autre part, à des échanges visco-thermiques entre les phases fluide et solide. Ce dernier phénomène est confiné dans une épaisseur  $\delta$ , dite couche limite visco-thermique, au niveau de l'interface fluide/solide donnée par  $\delta = \sqrt{2\eta/\rho\omega}$ , où  $\eta$  est la viscosité dynamique du fluide,  $\rho$  sa masse volumique et  $\omega$  la pulsation de l'onde acoustique [1]. Si l'épaisseur de cette couche limite est très petite devant le rayon des pores (approximation haute-fréquence), ces effets visco-thermiques sont négligeables. Inversement, si l'épaisseur de la couche limite est très grande devant le rayon des pores (approximation basse-fréquence), ces effets visco-thermiques sont importants. Pour le cas de l'os trabéculaire, et pour une fréquence de 500kHz, cette épaisseur vaut environ  $8\mu\text{m}$  dans le cas *in vivo*<sup>2</sup> et  $0.1\mu\text{m}$  dans le cas *in vitro* où l'os est saturé en eau<sup>3</sup>. Aussi, compte tenu du rayon des pores (de  $100\mu\text{m}$  à  $2\text{mm}$ ), ce phénomène est négligeable dans les cas *in vivo* et *in vitro*.

Dans l'os du talon, des simulations numériques tridimensionnelles en différences finies de la propagation acoustique ont montré que l'atténuation en transmission dans la direction médio-latérale est presque totalement due à la diffusion par les travées et aux conversions de modes acoustiques (onde de compression/onde de cisaillement) aux interfaces fluide-solide [4][7]. Ces résultats confirment que les effets visco-thermiques au voisinage des interfaces fluide-solide sont négligeables. En outre, l'atténuation mesurée *in vitro* augmente presque linéairement avec la fréquence entre 0,2 et 2 MHz [8]. La dépendance en fréquence de l'atténuation calculée sur une bande fréquentielle est appelée BUA (Broadband Ultrasonic Attenuation) dans le domaine de la caractérisation ultrasonore du tissu os-

2. La viscosité de la moelle osseuse bovine est de l'ordre de 0.1 Pa.s à 37°C [6]

3. La viscosité de l'eau est de l'ordre de 1 mPa.s

seux. Elle est généralement calculée autour de 500 kHz et vaut entre 5 et 40 dB/MHz/cm *in vitro* pour l'os trabéculaire humain [9][10]. La BUA mesurée *in vivo* en transmission dans la direction médio-latérale du calcanéum vaut entre 40 (os très poreux) et 100 (os peu poreux) dB/MHz [11].

#### 4.1.2.2 Sur la vitesse de propagation

Les milieux poreux à porosité connectée sont généralement dispersifs, la vitesse de phase augmente généralement avec la fréquence. Pour l'os trabéculaire humain du talon (calcanéum), dans la direction médio-latérale, on mesure généralement une dispersion de la vitesse de phase avec une pente négative, en moyenne entre -20 et -30 m/s/MHz autour de 500 kHz [12]. Ces observations ont été confirmées numériquement [4]. Cette dispersion négative de la vitesse de phase serait le résultat de la diffusion multiple induite par l'architecture trabéculaire [13][14] ou du recouvrement temporel des ondes rapide et lente à la réception [15][16]. En outre, la vitesse de groupe mesurée *in vivo* dans la direction médio-latérale du calcanéum vaut typiquement entre 1450 (os très poreux) et 1650 (os peu poreux) m/s par une méthode de mesure de la pente de la phase de la transformée de Fourier complexe d'une impulsion ultrasonore [11], et entre 1500 et 1800 m/s par une méthode temporelle de détection du temps de vol (type premier maximum) [17].

#### 4.1.3 Sur l'influence de la moelle osseuse

Il est plus commode de travailler *in vitro* avec des os dégraissés (vidés de la moelle) et saturés en eau. Le fait de remplacer la moelle par de l'eau influence légèrement la propagation ultrasonore linéaire entre 0.5 et 1 MHz. En effet, la vitesse de propagation augmente de 2 à 3% alors que l'atténuation diminue de 6.5 à 9% lorsque la moelle est remplacée par de l'eau dans l'os trabéculaire humain du calcanéum [18][19][20]. La vitesse de propagation à 750 kHz dans la moelle osseuse bovine vaut 1456.2 m/s à 17°C et 1342.4 m/s à 44°C, soit une valeur de 1371.9 m/s à 37°C [21]. La masse volumique est également proche de celle de l'eau, elle vaut entre 930 et 950 kg/m<sup>3</sup> pour la moelle osseuse bovine [2][22]. La moelle osseuse du talon est composée à 90-95% de graisse, son impédance acoustique est proche de celle de l'eau, seule l'atténuation visco-thermique est significativement supérieure à celle dans l'eau. En outre, comme la graisse, la moelle doit posséder un paramètre non-linéaire thermodynamique B/A proche du double de celui de l'eau, c'est à dire proche de 10.

#### 4.1.4 Normes concernant les niveaux de pression acoustique utilisables *in vivo*

Pour ne pas dégrader les tissus biologiques, il ne faut pas dépasser certains niveaux de pression acoustique. En effet, les ultrasons peuvent produire deux effets nocifs aux tissus : une élévation locale de la température et la cavitation [23][24][25][26]. Pour évaluer l'effet thermique, on calcule l'indice

TI (Thermal Index) comme le rapport entre la puissance acoustique au point focal sur la puissance nécessaire pour élever la température du tissu considéré de 1°C. Un indice TI strictement inférieur à 2 est recommandé. Pour éviter la cavitation, on calcule l'indice mécanique MI (Mechanical Index) comme la pression de raréfaction maximale (en MPa) divisée par la racine carrée de la fréquence (en MHz). Il est recommandé de respecter un MI inférieur à 0.3.

La norme 510.K a été proposée par la FDA (Food and Drug Administration). Les limites (en intensité ultrasonore) définies par cette norme se situent très en deçà des seuils d'apparition des effets biologiques indésirables mesurés chez l'animal. La norme 510.K limite l'intensité ultrasonore ( $I_{SPTA}$  est l'intensité du pulse, moyennée sur la durée du pulse ou sur une période au niveau du point de focalisation) pour différentes applications. Il est préconisé de ne pas dépasser 1 W/cm<sup>2</sup>. Plusieurs facteurs comme la fréquence, le temps d'exposition ou le site d'exploration ne sont pas pris en compte dans cette norme. En 1976, le Comité de l'AIUM (American Institute of Ultrasound in Medicine) a publié un communiqué disant qu'aucun effet biologique sur les mammifères n'a été détecté à des intensités supérieures à 100 mW/cm<sup>2</sup>, tant que le produit de l'intensité par le temps d'exposition reste inférieur à 50 J/cm<sup>2</sup>. En fixant l'index mécanique (MI) à 0.3, l'AIUM préconise une amplitude de pression acoustique maximale de 0.3 MPa pour un signal acoustique de fréquence 1 MHz et durant environ 10 μs (AIUM 92) pour s'affranchir de toute initiation du phénomène de cavitation.

Dans notre configuration expérimentale, l'amplitude de l'onde acoustique basse-fréquence atteint 60 kPa dans le milieu sondé. Cette amplitude est inférieure au seuil de cavitation à cette fréquence (100 kPa). La cavitation ne se produit donc pas dans l'échantillon. De même, pour l'onde sonde ultrasonore, des impulsions de fréquence centrale entre 500 kHz et 1 MHz, constituées de une à deux périodes, sont transmises dans le milieu avec une fréquence de répétition d'environ 20 kHz. L'amplitude de pression acoustique des impulsions ultrasonores a été mesurée à l'aide d'un hydrophone à pointe, elle peut atteindre 500 kPa<sup>4</sup>. Cette configuration respecte donc les recommandations des différentes normes.

## 4.2 Mesure localisée des non-linéarités acoustiques sur calcanéum entier : étude préliminaire sur un calcanéum dégraissé par cuisson et trichloroéthylène

### 4.2.1 Méthodologie

La figure 4.2 présente l'architecture de l'os du talon, dit calcanéum, objet d'étude *in fine* de ce travail de thèse. Les principaux résultats expérimentaux dans le calcanéum sont présentés dans ce chapitre.

---

4. Le seuil de cavitation augmente avec la fréquence de l'onde acoustique car la période acoustique devient bien inférieure au temps de réponse dynamique de la déformation des bulles.

Compte tenu des deux directions principales de sollicitation mécanique *in vivo* de cet os (le poids du corps, appliqué entre l'insertion de l'astragale et la zone en contact avec le sol, et la traction appliquée par le tendon d'Achille), l'architecture trabéculaire est renforcée selon deux lignes par une orientation organisée des travées (figure 4.2).

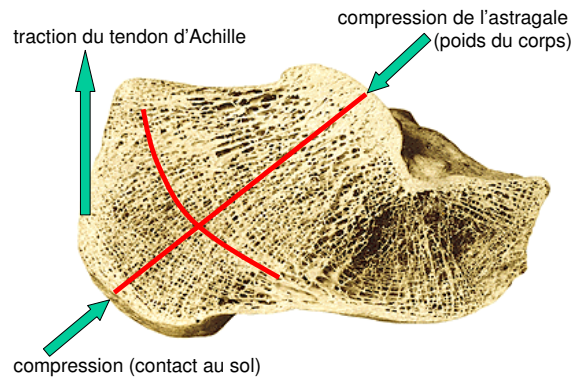


FIGURE 4.2 – Schéma représentant les deux axes principaux (lignes rouges) de l'architecture trabéculaire du calcanéum, conséquence de l'adaptation de l'os à son état de contrainte mécanique. L'image en coupe provient de [27].

Avant de réaliser les mesures acoustiques, la moelle osseuse a été supprimée de l'échantillon étudié, noté A, par une cuisson dans l'eau à haute température (température largement supérieure à 37°C) puis une trempe dans un bain chimique de trichloroéthylène à température ambiante. Ce calcanéum a fait l'objet de l'étude présentée dans notre publication [28]. Les couches corticales latérales de l'os ont été coupées pour obtenir deux faces parallèles dans la direction de propagation ultrasonore. Après cette coupe, l'épaisseur de l'échantillon mesure 24 mm. Enfin, l'échantillon est plongé dans l'eau et dégazé dans une étuve à vide pendant environ 10 heures afin d'assurer une saturation totale en eau pour les expériences. En effet, la présence de bulles dans l'échantillon produit une très forte atténuation ultrasonore linéaire et peut générer des non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives parasites par l'expansion et la rétraction des bulles induites par la pression acoustique basse-fréquence. Comme le montre la figure 4.3, le calcanéum comporte trois régions de porosités variables, entre 75% et 95%. Aussi, grâce à la résolution latérale du champ de pression ultrasonore (inférieure à 1 cm, figure 3.10) inférieure aux dimensions du calcanéum, il est possible de mesurer localement les non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives. Les résultats obtenus dans trois régions sont présentés : deux régions dans la zone de faible porosité, notées 1 et 2, et une région dans la zone de porosité moyenne, notée 0 (figure 4.4).

Pour ces trois régions sondées, les non-linéarités acoustiques seront d'abord étudiées par l'analyse instantanée. Ensuite, une étude approfondie (analyses instantanée et fréquentielle) de la région 2 sera présentée afin de mettre en évidence des différences lorsque l'amplitude de l'onde acoustique basse-fréquence varie de façon dynamique ou quasi-statique (chapitre 3, partie 3.4.1).



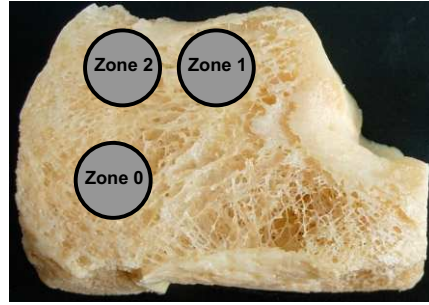
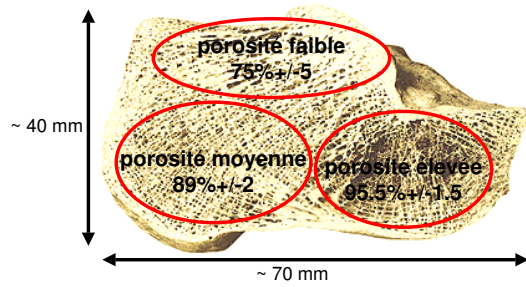


FIGURE 4.3 – Schéma présentant l'hétérogénéité de la porosité dans le calcaneum. FIGURE 4.4 – Photo de l'échantillon dé- Les valeurs de porosité ( $75\% \pm 5$ ,  $89\% \pm 2$  graissé par cuisson à haute température et et  $95.5\% \pm 1.5$ , respectivement pour les trempe dans un bain chimique, nommé A zones de porosité faible, moyenne et élevée) proviennent de l'étude réalisée par rosité moyenne et les régions 1 et 2 de la Rupprecht *et al.* [29]. zone de faible porosité seront étudiées.

#### 4.2.2 Analyse instantanée

Dans la région de porosité moyenne, notée 0, les non-linéarités acoustiques élastiques (TOFM) sont très proches de celles mesurées dans l'eau lorsque l'échantillon n'est pas présent dans la zone de mesure (figures 4.5). Le paramètre non linéaire élastique  $\beta$  est de l'ordre de 10 pour cette zone.

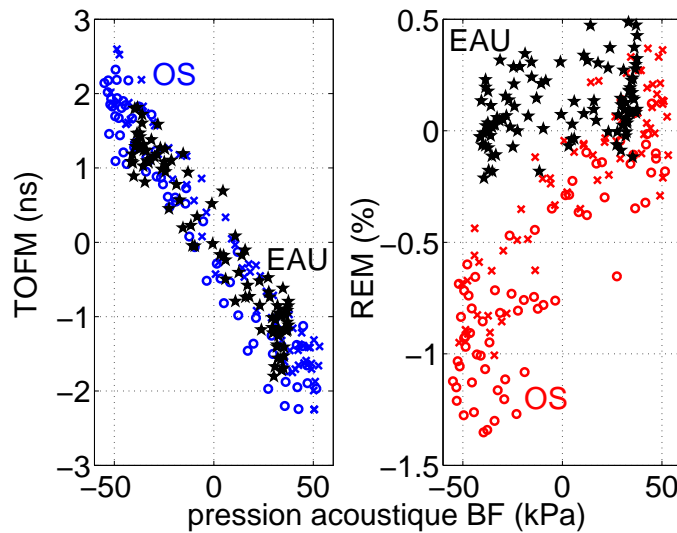


FIGURE 4.5 – Non-linéarités acoustiques élastiques (TOFM) et dissipatives (REM) mesurées dans la région 0 de porosité moyenne du calcaneum A dégraissé par cuisson à haute température et trempé dans un bain chimique. Les étoiles noires représentent les mesures réalisées dans l'eau sans l'échantillon.

En revanche, on remarque que des non-linéarités dissipatives sont mesurées, légèrement supérieures au niveau de bruit mesuré dans l'eau, sans l'échantillon. Le paramètre de non-linéarités dissipatives  $\alpha_D$  est de l'ordre de 600 pour la zone 0. Les résultats dans la région de porosité élevée ne sont pas exposés ici car les non-linéarités acoustiques mesurées sont identiques à celle mesurées

dans l'eau sans l'échantillon. Ainsi, pour une densité de fissures égale dans le tissu osseux, une zone de forte porosité contient moins de fissures qu'une région de plus faible porosité. Par conséquent, l'os trabéculaire de porosité supérieure à 90% pourrait générer des effets non-linéaires acoustiques trop faibles pour être mesurés dans la direction médio-latérale du calcanéum, bien que des non-linéarités acoustiques dissipatives aient pu être mesurées dans la région de porosité moyenne.

Au contraire, les deux régions 1 et 2 de la zone de faible porosité génèrent de fortes non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives. Les modulations importantes du temps de vol et de l'amplitude des impulsions ultrasonores en fonction du temps, typiquement obtenues dans la région 1 de faible porosité, sont présentées dans la figure 4.6. On observe déjà sur cette représentation une asymétrie des non-linéarités élastiques et dissipatives en traction et en compression.

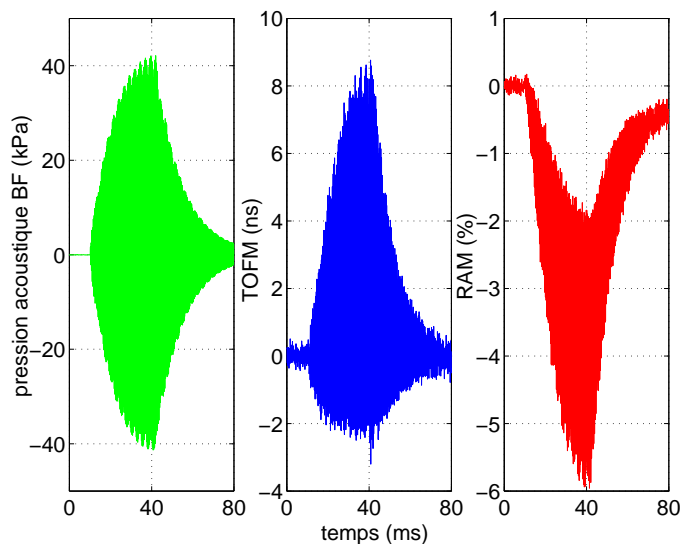


FIGURE 4.6 – Représentations de la pression acoustique basse-fréquence, des non-linéarités acoustiques élastiques (TOFM) et dissipatives (RAM) en fonction du temps dans la région 1 de porosité faible du calcanéum.

A partir de ces mesures temporelles de la pression acoustique basse-fréquence et des modulations du temps de vol et de l'amplitude (ou de l'énergie) des impulsions ultrasonores, il est possible de tracer ces variations non-linéaires en fonction de la pression acoustique basse-fréquence (figures 4.7 et 4.8).

Dans les régions 1 et 2, les modulations du temps de vol ultrasonore sont en opposition de phase avec la pression acoustique basse-fréquence et atteignent 20 ns, soit un ordre de grandeur supérieur à celles mesurées dans l'eau. Ces mesures se sont révélées très reproductibles. De plus, les variations du temps de vol ultrasonore sont positives et plus fortes en traction hydrostatique qu'en compression hydrostatique où les variations sont négatives (figures 4.7 et 4.8). Par ailleurs, une hystérésis apparaît clairement pendant la phase de traction dans la région 2. Elle est beaucoup plus faible dans la région 1. Ce comportement pourrait être le résultat de l'ouverture et de la fermeture des fissures ou des fractures

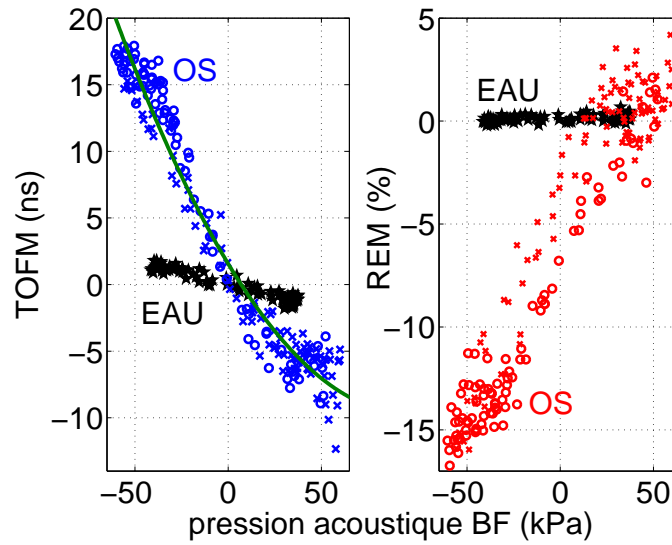


FIGURE 4.7 – Légende identique à la figure 4.5 pour la région 1 de faible porosité du calcanéum A. La courbe en trait continu est le fit polynomial d'ordre 2 permettant de calculer les paramètres non-linéaires élastiques.

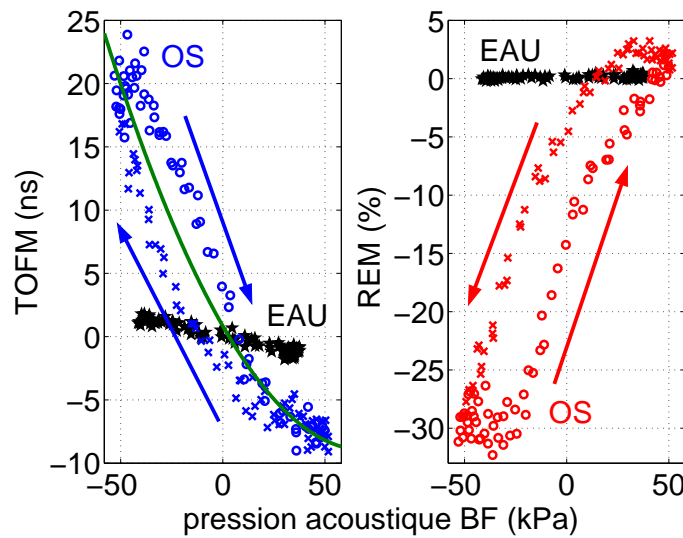


FIGURE 4.8 – Légende identique à la figure 4.7 pour la région 2 de faible porosité du calcanéum A.

complètes de travées. En effet, lorsque les défauts s'ouvrent, le temps de vol ultrasonore augmente car les impulsions ultrasonores sont gênées dans leur propagation. Inversement, lorsque les défauts se ferment, le temps de vol ultrasonore diminue car les impulsions ultrasonores rencontrent moins d'obstacles pendant leur propagation. La variation du temps de vol ultrasonore est nulle à pression acoustique basse-fréquence nulle et l'hystérésis est présente uniquement en traction, par conséquent ce comportement ne peut pas être modélisé par la non-linéarité élastique hystérétique quadratique (voir chapitre 3, partie 3.4.5). Pour la région 1, il s'apparente plutôt à un comportement non-linéaire élastique cubique ou non-linéaire élastique quadratique avec un paramètre non-linéaire quadratique

$\beta$  différent en traction et en compression. Pour la région 2 de l'échantillon A, le fit polynomial d'ordre 2 obtenu à partir du diagramme instantané donne  $TOFM = 0.00202 \times p_{BF}^2 - 0.282 \times p_{BF} + 0.84$ , avec  $p_{BF}$  en kPa et  $TOFM$  en ns (figure 4.8). Les paramètres non-linéaires élastiques correspondants<sup>5</sup>  $\beta$  et  $\delta$  valent respectivement 150 et  $4.10^6$ , en accord avec les valeurs calculées par la méthode fréquentielle [28]. De même, pour la région 1 de l'échantillon A, le fit polynomial d'ordre 2 obtenu à partir du diagramme instantané donne  $TOFM = 0.00121 \times p_{BF}^2 - 0.232 \times p_{BF} + 1.57$ , avec  $p_{BF}$  en kPa et  $TOFM$  en ns (figure 4.7). Les paramètres non-linéaires élastiques correspondants<sup>6</sup>  $\beta$  et  $\delta$  valent respectivement 135 et  $3.10^6$ . Les valeurs obtenues de  $\beta$  sont en accord avec la seule autre mesure antérieure de ce paramètre dans l'os trabéculaire bovin,  $\beta = 160 - 240$  [30]. Cette valeur est un ordre de grandeur supérieure à celle mesurée dans les solides non-endommagés. Par conséquent, on peut attribuer cette valeur élevée à la présence de micro-endommagement.

De plus, des non-linéarités dissipatives très fortes (la REM pouvant atteindre 30%) et montrant une hystérésis sont également mesurées dans les régions 1 et 2 de l'échantillon A (figures 4.7 et 4.8). Ces variations de l'énergie des impulsions ultrasonores sont en phase avec la pression acoustique basse-fréquence et l'atténuation non-linéaire est maximale pendant les phases de traction. Pour les régions 1 et 2 de l'échantillon A, le paramètre de non-linéarités acoustiques dissipatives  $\alpha_D$  vaut respectivement  $8.10^3$  et  $2.10^4$ . Ces valeurs sont proches de celles mesurées dans certaines roches et certains milieux granulaires ou endommagés ( $\alpha_D = 10^4 - 10^5$ ) [31][32]. On remarque également que la pente de la relation entre les variations relatives de l'énergie des impulsions ultrasonores et la pression acoustique basse-fréquence est plus élevée en traction qu'en compression.

Ainsi, la région 2 de l'échantillon A montre des non-linéarités acoustiques élastiques quadratique et cubique et des non-linéarités acoustiques dissipatives plus élevées que la région 1. Les paramètres acoustiques non-linéaires  $\beta$ ,  $\delta$  et  $\alpha_D$  montrent donc tous des valeurs supérieures dans la région 2 par rapport à la région 1. Les hystérésis mesurées pour TOFM et REM sont également plus importantes dans la région 2. Ce constat suggère que les non-linéarités élastiques et dissipatives possèdent les mêmes origines (micro-fissures ou/et travées fracturées).

La zone 2 ayant produit les non-linéarités acoustiques les plus fortes, elle est étudiée de manière plus approfondie dans la partie suivante.

### 4.2.3 Analyses fréquentielle et instantanée avec variation quasi-statique et dynamique de l'amplitude de l'onde pompe

Les figures 4.9 et 4.10 présentent respectivement les analyses fréquentielles des mesures par variation quasi-statique et par variation dynamique de l'amplitude de l'onde acoustique basse-fréquence

5. En prenant  $\rho_{os} = 1225 \text{ kg/m}^3$  (en considérant une porosité de 75% et  $\rho_{tissu} = 1900 \text{ kg/m}^3$ ),  $c_{os} = 1740 \text{ m/s}$  et  $L_{os} = 24 \text{ mm}$ .

6. En prenant  $\rho_{os} = 1225 \text{ kg/m}^3$ ,  $c_{os} = 1790 \text{ m/s}$  et  $L_{os} = 24 \text{ mm}$ .

pour la région 2 de l'échantillon A.

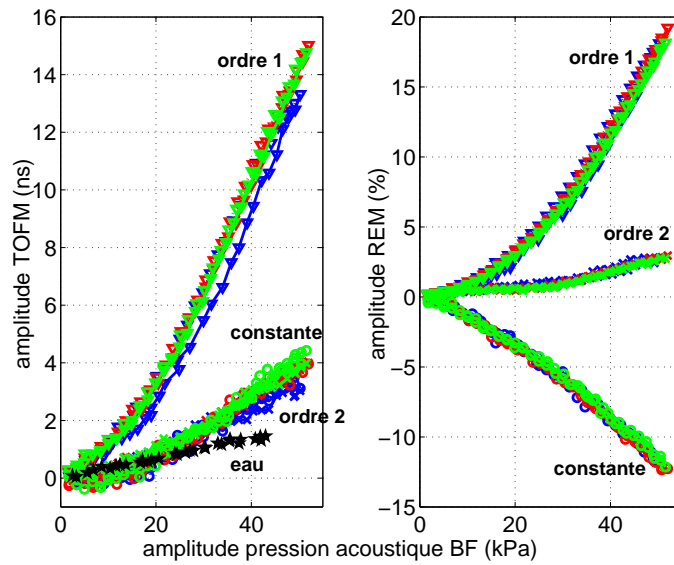


FIGURE 4.9 – Analyse fréquentielle des non-linéarités acoustiques élastiques (TOFM) et dissipatives (REM) mesurées dans la région 2 du calcanéum A pour une variation quasi-statique de l'amplitude de la pression acoustique basse-fréquence. 3 cycles successifs d'augmentation et de diminution de l'amplitude de l'onde pompe sont présentés (premier cycle en bleu, deuxième cycle en rouge et troisième cycle en vert). Les étoiles noires représentent les mesures réalisées dans l'eau sans l'échantillon pour la TOFM à l'ordre 1. Triangles : ordre 1, cercles : constante, croix : ordre 2.

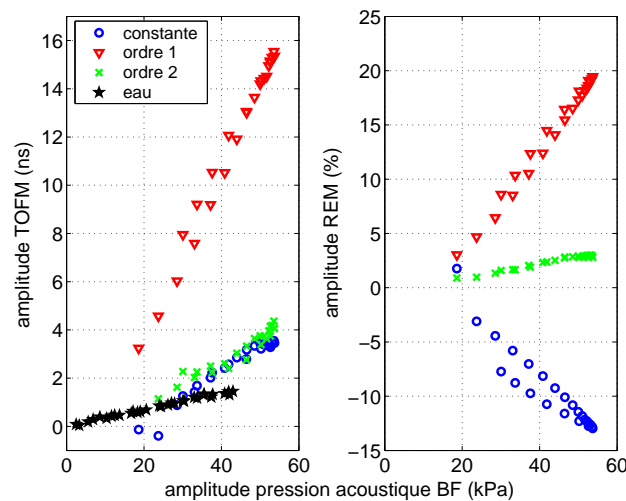


FIGURE 4.10 – Analyse fréquentielle des non-linéarités acoustiques élastiques (TOFM) et dissipatives (REM) mesurées dans la région 2 du calcanéum A pour une variation dynamique de l'amplitude de la pression acoustique basse-fréquence. Les effets non-linéaires n'ont malheureusement pas été mesurés pour de faibles amplitudes de l'onde pompe. Les étoiles noires représentent les mesures réalisées dans l'eau sans l'échantillon.

Pour la variation quasi-statique,  $\beta$  vaut environ 80 pour des amplitudes de l'onde pompe infé-

rieures à 10 kPa et atteint une valeur de 220 pour des amplitudes supérieures à 40 kPa (figure 4.9). Cette augmentation du paramètre non-linéaire élastique quadratique est également visible dans la représentation instantanée pour les cas de variations quasi-statique (figure 4.11) et dynamique (figure 4.12) de l'amplitude de l'onde pompe. L'augmentation du paramètre non-linéaire élastique quadratique  $\beta$  associée à l'augmentation de l'amplitude de l'onde pompe peut s'expliquer, à l'instar des milieux granulaires non-consolidés (chapitre 2, partie 2.1.3.1), par une augmentation progressive du nombre de fissures et de contacts participant à la génération des non-linéarités acoustiques.

Par ailleurs, pour le cas des billes de verre, la sigmoïde négative décrite par la valeur moyenne des variations du temps de vol ultrasonore lorsque l'amplitude de l'onde pompe augmente (chapitre 3, figure 3.58) est en accord avec les mesures acousto-élastiques dans les milieux granulaires (chapitre 2, partie 2.1.3.1). Cependant, pour la zone 2 de l'échantillon A, la variation moyenne du temps de vol ultrasonore est positive et augmente lorsque l'amplitude de l'onde pompe augmente (figure 4.9). Nous n'avons pas d'explication pour ce comportement.

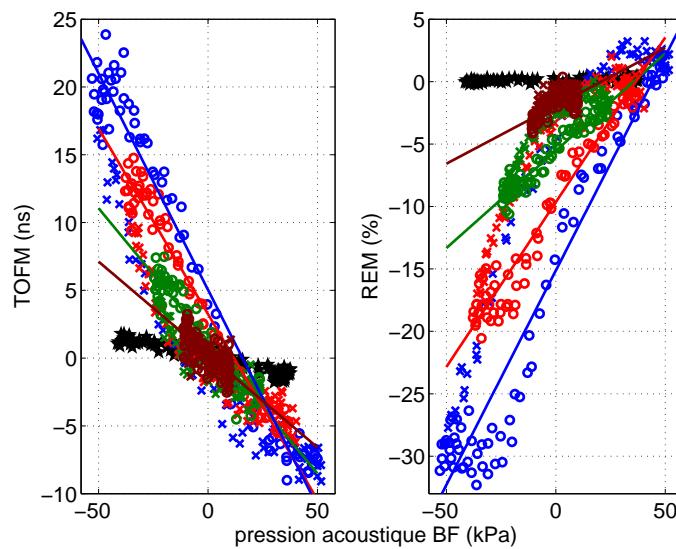


FIGURE 4.11 – Représentation instantanée des non-linéarités acoustiques élastiques (TOFM) et dissipatives (REM) mesurées dans la région 2 du calcanéum A pour différentes amplitudes croissantes de la pression acoustique basse-fréquence (variation quasi-statique). Les régressions linéaires réalisées pour chaque amplitude montrent une augmentation de la pente, donc des paramètres non-linéaires  $\beta$  et  $\alpha_D$ , lorsque l'amplitude de l'onde pompe augmente dans le cas d'une variation quasi-statique de cette amplitude. Les étoiles noires représentent les mesures réalisées dans l'eau sans l'échantillon.

En outre, comme pour un milieu constitué de billes de verre et saturé en eau (chapitre 3, partie 3.5.6), on remarque que l'analyse fréquentielle montre des hystérésis plus importantes pour une variation dynamique que pour une variation quasi-statique de la pression acoustique basse-fréquence (figure 4.13).

Compte tenu de la forme résonante de l'onde pompe, son amplitude augmente très rapidement d'abord puis plus lentement jusqu'à atteindre un régime établi où l'amplitude est maximale (figure

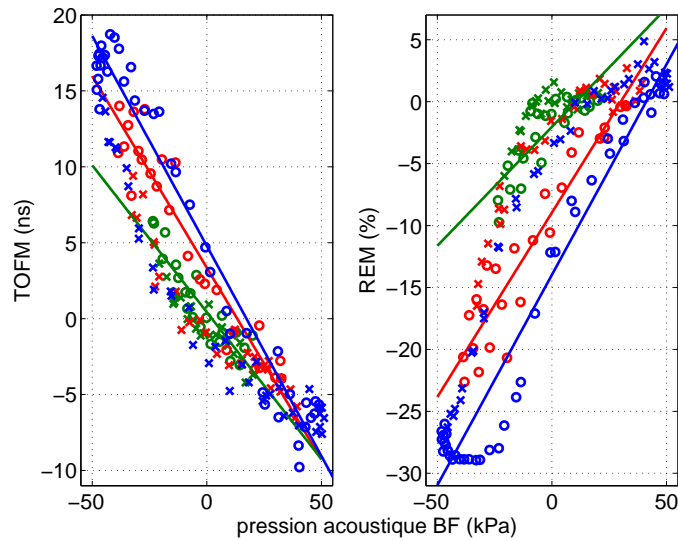


FIGURE 4.12 – Légende identique à la figure 4.11 pour une variation dynamique de l'amplitude de l'onde acoustique basse-fréquence.

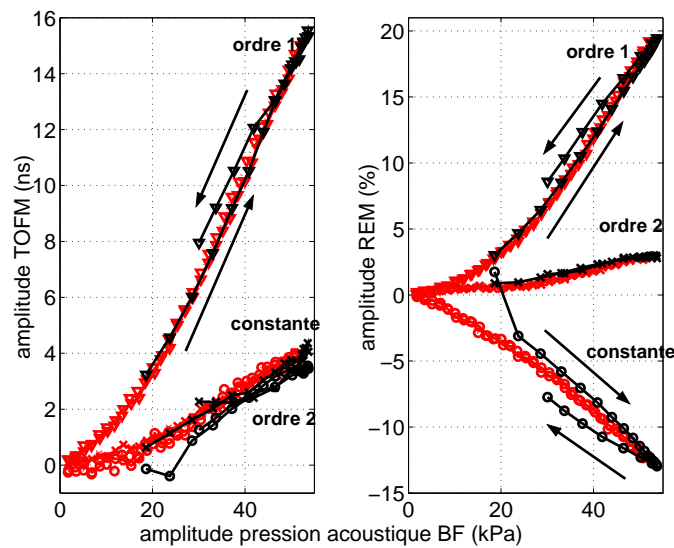


FIGURE 4.13 – Analyse fréquentielle des non-linéarités acoustiques élastiques (TOFM) et dissipatives (REM) mesurées dans la région 2 du calcanéum A pour une variation dynamique (en rouge) et dynamique (en noir) de l'amplitude de la pression acoustique basse-fréquence. Les flèches indique le sens de variation des hystérésis.

4.14). Au contraire, lors de la descente, son amplitude diminue très rapidement d'abord puis plus lentement jusqu'à la valeur nulle. Le profil temporel de la vitesse de variation de l'amplitude de l'onde pompe est donc différent pendant la phase de montée et celle de descente de l'enveloppe de l'onde pompe. En outre, si des effets de relaxation (visco-élasticité) et/ou des effets non-linéaires élastiques hystérétiques se manifestent dans le tissu osseux, l'asymétrie en montée et en descente du profil de l'enveloppe de l'onde pompe peut conduire à une hystérésis.



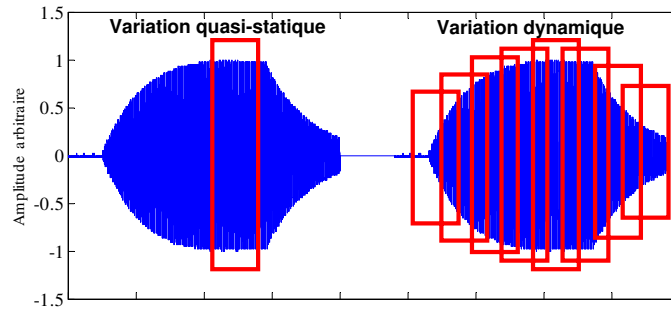


FIGURE 4.14 – Schéma montrant les fenêtres temporelles d’analyse pour une mesure par variation quasi-statique de l’amplitude de l’onde pompe et une mesure par variation dynamique de l’amplitude de l’onde pompe.

#### 4.2.4 Identification des sources de non-linéarités acoustiques dans l’os trabéculaire

Deux éléments peuvent potentiellement générer des non-linéarités acoustiques : les micro-fissures emmurées dans le tissu osseux et les travées fracturées pour lesquelles l’espacement entre les deux parties de la travée cassée est très faible (voir chapitre 1, partie 1.2). En effet, l’augmentation et la diminution de la pression hydrostatique dans l’os sont susceptibles d’ouvrir et de fermer, totalement ou partiellement, ces éléments.

Considérant une variation de la pression hydrostatique dans l’os trabéculaire de 50 kPa et un module élastique de compression apparent de la structure trabéculaire de 1 GPa (valeur mesurée dans l’os trabéculaire fémoral humain de porosité inférieure à 90% [33]), la déformation apparente est de l’ordre de  $5.10^{-5}$ . D’après une étude basée sur une modélisation par éléments finis, pour cette déformation apparente, les déformations maximales à l’échelle du tissu osseux sont du même ordre de grandeur [34]. Aussi, la variation de longueur d’une travée de 1.5 mm de longueur soumise à une contrainte uniaxiale dans la direction de son axe principal est de l’ordre de  $0.1 \mu\text{m}$ . L’observation au microscope confocal montre que les micro-fissures ont une forme de feuille ellipsoïdale plane ou incurvée (voir chapitre 1, figure 1.107)[35]. Aussi, à l’état non déformé, les micro-fissures peuvent être considérées pratiquement fermées. Par conséquent, les effets non-linéaires acoustiques devraient être plus importants pendant les phases de traction hydrostatique que pendant les phases de compression hydrostatique, comme observé précédemment dans l’échantillon A (figure 4.7).

Dans le but de quantifier l’effet de la présence de fissures à l’état ouvert (simulation de l’état de l’os dans la phase de traction hydrostatique) et à l’état fermé (simulation de l’état de l’os dans la phase de compression hydrostatique) sur le temps de vol et l’amplitude d’une impulsion ultrasonore, une simulation numérique bidimensionnelle de la propagation<sup>7</sup> a été utilisée (figure 4.15). En pre-

7. Le code numérique utilisé, dit pseudo-spectral, a été développé dans notre laboratoire pour simuler la propagation acoustique dans les milieux hétérogènes fluides et solides [36].

mière approximation, le code de propagation en milieu fluide hétérogène est employé<sup>8</sup>. La simulation montre que l'insertion de 10 fissures, modélisées par des rectangles de  $100 \times 12 \mu m^2$  constitués d'eau (5 orientées parallèlement à la direction de propagation ultrasonore et 5 orientées dans la direction perpendiculaire) augmente de 0.2 ns le temps de vol de l'impulsion ultrasonore et diminue de 0.4% l'amplitude de l'impulsion ultrasonore. Le pourcentage surfacique occupé par le tissu osseux vaut 30%, la densité surfacique de fissures correspondante est alors 1.8 fissure/mm<sup>2</sup> de tissu osseux. Cette valeur est une valeur moyenne courante mesurée par analyse histologique sur des échantillons osseux *ex vivo* (voir chapitre 1, partie 1.2). Aussi, pour une valeur moyenne de la densité surfacique de fissures, les variations du temps de vol et de l'amplitude de l'impulsion ultrasonore obtenues par la simulation sont de l'ordre de grandeur du niveau de bruit mesuré expérimentalement lorsqu'un échantillon solide est inséré dans la zone d'interaction des ondes pompe et sonde (voir chapitre 3, partie 3.5). Compte tenu des valeurs des modulations du temps de vol et de l'amplitude des impulsions ultrasonores mesurées dans la région de faible porosité de l'échantillon A, la densité de fissures dans cette zone devrait être supérieure à 1.8 fissure/mm<sup>2</sup> de tissu osseux.

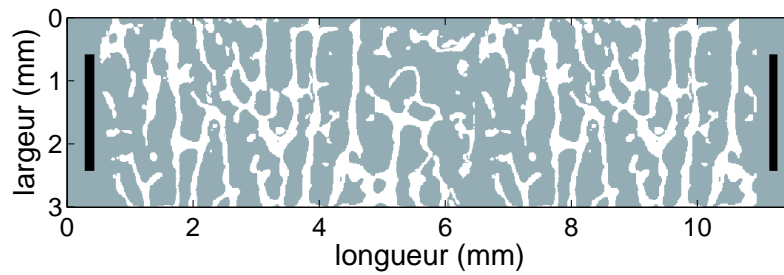


FIGURE 4.15 – Image utilisée pour la simulation numérique bidimensionnelle de la propagation ultrasonore d'une impulsion ultrasonore de fréquence centrale 1 MHz dans l'os trabéculaire sans fissure et avec 10 fissures. Les zones blanches représentent le tissu osseux. Les deux segments verticaux indiquent les positions d'émission et de réception de l'onde ultrasonore.

## 4.3 Mesure localisée des non-linéarités acoustiques sur calcanéum entier : étude sur huit calcanéums dégraissés au CO<sub>2</sub> supercritique

### 4.3.1 Résultats

Dans le but de confirmer que les non-linéarités acoustiques fortes sont essentiellement mesurées dans la zone de faible porosité, la même méthodologie a été appliquée à 8 calcanéums entiers prélevés

8. Pour le tissu osseux, la vitesse de propagation vaut 3500 m/s et la masse volumique 1950 kg/m<sup>3</sup>. Pour le fluide saturant, les caractéristiques de l'eau sont utilisées.

sur des cadavres humains dont l'âge variait entre 70 et 90 ans. Les échantillons ont été dégraissés par une technique à base de  $\text{CO}_2$  supercritique à température ambiante, développée par l'entreprise française BIOBank, permettant de ne pas dénaturer le tissu osseux (figure 4.16). En effet, le fait de chauffer le tissu osseux à une température supérieure à  $56^\circ\text{C}$  dénature le collagène [37], cette opération modifie en particulier les propriétés viscoélastiques de l'os [38]. Enfin, les échantillons sont plongés dans l'eau et dégazés dans une étuve à vide pendant environ 10 heures afin d'assurer une saturation totale en eau pour les expériences. Ces mesures ont été réalisées pendant le stage de Master 2 Recherche d'Hélène Moreschi [39].

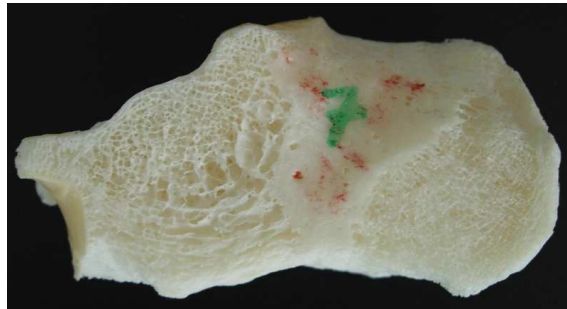


FIGURE 4.16 – Photo d'un des échantillons dégraissés par traitement au  $\text{CO}_2$  supercritique, nommé C par la suite.

Deux des 8 échantillons ont présenté de fortes non-linéarités acoustiques dans la zone de faible porosité. Ainsi, comme pour l'échantillon A, lorsque des non-linéarités acoustiques fortes sont mesurées, elles sont localisées dans la zone de faible porosité. Les figures 4.17 et 4.18 présentent les non-linéarités acoustiques mesurées dans la zone de faible porosité pour ces 2 échantillons ne provenant pas du même donneur, notés B et C (figure 4.16).

Ces échantillons présentent d'une part une hystérésis et d'autre part des effets non-linéaires élastiques et dissipatifs qui évoluent en phase avec la pression acoustique basse-fréquence. Les effets non-linéaires acoustiques mesurés dans l'échantillon B sont d'amplitude faible mais sont qualitativement très différents de ceux mesurés dans l'eau (figures 4.17). Le fait que les variations du temps de vol ultrasonore soient en phase avec la pression acoustique basse-fréquence, c'est-à-dire que le paramètre non-linéaire quadratique  $\beta$  soit négatif, pourrait être la conséquence de propriétés viscoélastiques non-linéaires du tissu osseux (voir chapitre 3, partie 3.2.3.2). Le collagène n'étant pas dénaturé, ces propriétés viscoélastiques du tissu osseux sont conservées. Enfin, l'hystérésis est généralement plus forte en traction qu'en compression, ce qui renforce l'hypothèse que les fissures sont pratiquement fermées à la pression atmosphérique.

### 4.3.2 Discussion

En conclusion, 3 des 9 calcanéums entiers testés (inclus le calcanéum dégraissé par cuisson) ont montré de fortes non-linéarités acoustiques dans la zone supérieure, de faible porosité ( $75\% \pm 5$ )

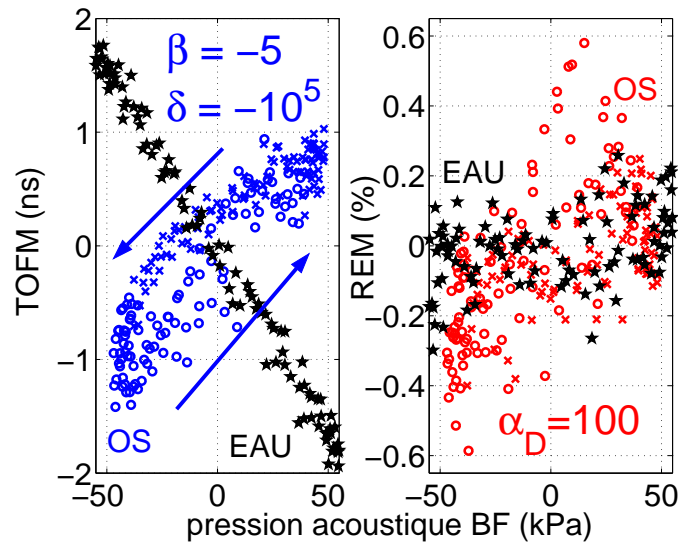


FIGURE 4.17 – Non-linéarités acoustiques élastiques (TOFM) et dissipatives (REM) mesurées dans la région de faible porosité du calcanéum B dégraissé par  $\text{CO}_2$  supercritique. Les effets non-linéaires élastiques générés par l'eau ont été soustraits pour une meilleure lisibilité. Les étoiles noires représentent les mesures réalisées dans l'eau sans l'échantillon.

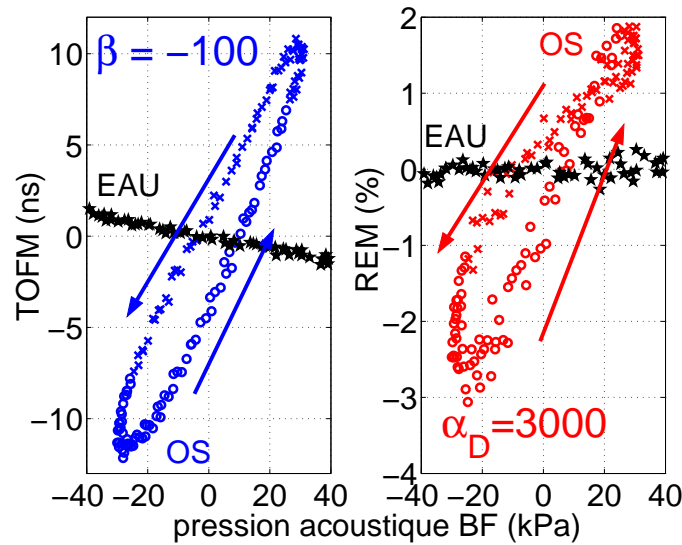


FIGURE 4.18 – Légende identique à la figure 4.17 pour la région de faible porosité du calcanéum C.

(figure 4.3).

**Pourquoi seule la région de faible porosité a produit des non-linéarités acoustiques mesurables ?** Tout d'abord, comme il a été constaté pour la mesure dans une mousse polyester de porosité 98% et dont des travées ont été sectionnées, les non-linéarités acoustiques créées par l'ouverture et la fermeture des entailles sont trop faibles pour affecter la propagation ultrasonore (chapitre 3, partie 3.5.3). Il semble donc que la présence de micro-endommagement dans l'os trabéculaire de porosité supérieure à 90% ne puisse pas être détectée par le dispositif expérimental. De plus, l'architecture

trabéculaire dans la région de faible porosité du calcanéum est différente de celle du reste de l'os. En effet, les travées ont des formes de plaques alors que les travées dans le reste de l'os ressemblent à des tiges [29]. Indépendamment de la porosité, l'épaisseur des travées pourrait affecter la génération des non-linéarités acoustiques. Des travées larges pourraient favoriser la sensibilité de la propagation ultrasonore à l'ouverture et à la fermeture des fissures.

D'autre part, seulement 3 des 9 échantillons osseux ont produit des non-linéarités acoustiques fortes. Ce constat est en accord avec les résultats des quantifications histologiques de micro-fissures du tissu osseux humain pour des sujets âgés (voir chapitre 1, partie 1.112). En effet, pour des sujets âgés de 70 à 90 ans, la densité de micro-fissures linéiques peut être très faible ( $0.1$  fissure/ $\text{mm}^2$ ) comme très importante ( $10$  fissures/ $\text{mm}^2$ ). En outre, ce résultat expérimental corrobore ceux obtenus par la méthode de résonance non-linéaire NRUS sur des sections d'os cortical fémoral humain [40].

Ensuite, pour ces 3 échantillons de calcanéums entiers, la présence d'hystérésis a pu être observée dans les diagrammes instantanés. Néanmoins, les origines de cette hystérésis peuvent être des effets viscoélastiques linéaires (chapitre 3, partie 3.2.3.1) comme des effets non-linéaires élastiques hystérétiques complexes (non modélisables par la non-linéarité élastique hystérétique quadratique, voir les parties 3.2.4 et 3.4.5.2 du chapitre 3). Des mesures à plusieurs fréquences très différentes de l'onde pompe pourraient permettre de dissocier les effets viscoélastiques des effets non-linéaires élastiques hystérétiques. En effet, en diminuant la fréquence de l'onde pompe, et donc la vitesse de déformation de l'os, les effets viscoélastiques devraient évoluer et ainsi être identifiables. Néanmoins, comme il a été proposé pour les roches, les effets viscoélastiques, appelés aussi effets de relaxation, et les effets non-linéaires élastiques hystérétiques sont liés et s'expriment toujours de façon concomitante. Le dispositif actuel permet d'employer des fréquences de l'onde pompe entre 2500 et 5000 Hz. Dans cette gamme de fréquence, nous n'avons pas observé de variation significative des effets acoustiques non-linéaires.

Enfin, pour le cas de l'os A dégraissé par cuisson à haute température et trempe dans un bain chimique, la variation du temps de vol ultrasonore est en opposition de phase avec la pression acoustique basse-fréquence comme dans l'eau (figures 4.7 et 4.8). Au contraire, pour les deux échantillons dégraissés au  $\text{CO}_2$  supercritique ayant produit de fortes non-linéarités acoustiques, la variation du temps de vol ultrasonore est en phase avec la pression acoustique basse-fréquence (figures 4.17 et 4.18). Cette différence est probablement due aux traitements différents employés pour supprimer la moelle osseuse. En effet, une température supérieure à  $56^\circ\text{C}$  dénature le collagène contenu dans le tissu. Par conséquent, la cuisson dans l'eau à haute température et la trempe dans un bain chimique de trichloroéthylène ont assurément dénaturé le collagène de notre échantillon. Comme le collagène est considéré comme le responsable des effets viscoélastiques osseux, les échantillons traités au  $\text{CO}_2$  supercritique pourraient conserver des propriétés viscoélastiques non-linéaires qui ont probablement disparu après une cuisson à haute température et trempe dans un bain chimique.

### 4.3.3 Problèmes de reproductibilité

L'échantillon A dégraissé par cuisson à haute température et trempé dans un bain chimique a montré une très bonne reproductibilité lors de 3 cycles successifs d'augmentation et de diminution quasi-statique de l'amplitude de l'onde pompe (figure 4.9) et lors d'une variation dynamique de l'amplitude de l'onde pompe. En revanche, les mesures des non-linéarités acoustiques dans les échantillons dégraissés par traitement au CO<sub>2</sub> supercritique présentent parfois une mauvaise reproductibilité lors des mesures par variation dynamique de l'amplitude de l'onde pompe. Une acquisition réalisée après 60 moyennages dure environ 2 minutes. D'une mesure à la suivante (sans rien changer, simplement en relançant une mesure), l'amplitude des effets non-linéaires peut considérablement diminuer. L'onde acoustique basse-fréquence pourrait elle-même conditionner (au sens évoqué pour les effets de dynamique lente, voir la partie 2.1.2.2 du chapitre 2) le matériau. A la suite du conditionnement, l'os nécessiterait un certain temps pour retrouver ces propriétés acoustiques non-linéaires.

## 4.4 Suivi du niveau d'endommagement induit mécaniquement par la mesure des non-linéarités acoustiques

### 4.4.1 Objectif et méthodes

Le micro-endommagement du tissu osseux *ex vivo* peut ainsi générer de fortes non-linéarités acoustiques dans la zone de faible porosité du calcanéum. Dans le but de montrer que le dispositif expérimental est sensible à l'augmentation du niveau d'endommagement d'un os trabéculaire, deux types d'endommagement mécanique, l'un induit par fatigue en compression, et l'autre par compression quasi-statique, ont été appliqués à des échantillons d'os trabéculaire de calcanéum, en collaboration avec David Mitton du Laboratoire de Biomécanique (LBM) de Paris. Ces mesures ont été réalisées pendant les stages de Master 2 Recherche d'Hélène Moreschi [39] et de Julie Blanchi (LBM) [41] dans le cadre du projet ANR BONUS (BOne biomechanical health assessment using Nonlinear UltraSound techniques). Rappelons en outre que les types d'endommagement induits par des essais mécaniques destructifs *in vitro* sont similaires à ceux observés dans le tissu osseux *ex vivo* (voir partie 1.2 du chapitre 1). Comme mentionné dans le chapitre 1 (partie 1.2), un endommagement par fatigue en compression et un endommagement par compression quasi-statique au-delà de la contrainte maximale induisent un micro-endommagement différent. En effet, la répétition cyclique d'une sollicitation mécanique de petite amplitude de déformation génère préférentiellement des micro-fissures. Au contraire, une compression quasi-statique au-delà de la contrainte maximale crée des fissures accompagnées de fractures totales de travées.

Afin d'employer des machines courantes de test quasi-statique uniaxial et de fatigue uniaxiale, les échantillons doivent posséder des géométries simples relativement standardisées. Aussi, deux lots

de 7 échantillons plus un lot de 3 échantillons témoins de forme parallélépipédique, de dimensions semblables (typiquement 25x18x18 mm) supérieures au diamètre des transducteurs ultrasonores (13 mm) ont été découpés dans des calcanéums dégraissés par le traitement au CO<sub>2</sub> supercritique. L'axe principal des échantillons est orienté dans la direction principale du réseau trabéculaire du calcanéum, entre l'insertion de l'astragale et la région en contact avec le sol (figure 4.19). Ensuite, une section réduite est usinée sur 4 faces à l'aide d'une fraiseuse (forme d'éprouvette type « haltère ») afin d'assurer une localisation des déformations maximales, induites par la sollicitation mécanique, au centre des échantillons (figure 4.19).

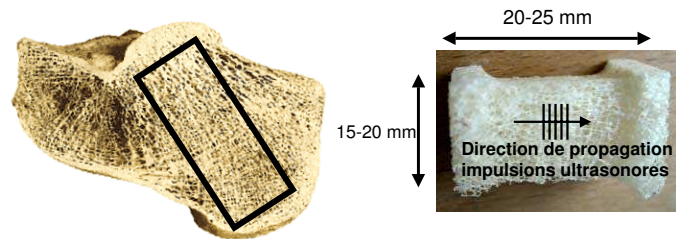


FIGURE 4.19 – Schéma montrant la zone de découpe des échantillons dont l'axe principal est orienté suivant l'alignement principal des travées (à gauche). Photo d'un échantillon avec une section réduite centrale (à droite).

Finalement, l'obtention d'échantillons parallélépipédiques de taille suffisante n'a été possible que dans la zone de porosité moyenne du calcanéum. Dans cette région, comme nous l'avons montré en 4.2, les non-linéarités acoustiques générées par le micro-endommagement présent *ex vivo*, si elles existent, sont très faibles. Néanmoins, lors de ces mesures effectuées sur des calcanéums entiers, les impulsions ultrasonores se propageaient en transmission transverse dans la direction médio-latérale (dans le sens de l'épaisseur des calcanéums entiers). Les travées se présentent alors perpendiculairement à la direction de propagation ultrasonore. Dans cette nouvelle étude sur des échantillons parallélépipédiques, la direction de propagation ultrasonore sera orientée selon l'axe principal des échantillons, c'est-à-dire dans l'alignement principal des travées (figure 4.19). On peut alors espérer une meilleure sensibilité de la mesure à la présence du micro-endommagement. Les tableaux 4.1, 4.2 et 4.3 synthétisent les dimensions des 3 témoins non-endommagés, des échantillons endommagés par fatigue en compression et par compression quasi-statique.

Echantillons	Longueur totale (mm)	Longueur section réduite (mm)	Sections (mm x mm)
V	22.3	15.5	12.7x14.6
W	27.0	21.3	13.0x14.2
Y	21.4	16.2	14.1x12.2

TABLE 4.1 – Dimensions des échantillons témoins.



Echantillons	Longueur totale (mm)	Longueur section réduite (mm)	Sections (mm x mm)
<b>M</b>	20.6	15.0	12.4x13.0
<b>P</b>	26.1	18.5	14.2x14.2
<b>Q</b>	24.4	16.5	14.1x15.8
<b>R</b>	23.6	16.5	13.2x13.3
<b>T</b>	21.5	14.0	16.5x13.7
<b>X</b>	21.6	17.5	12.9x13.0
<b>Z</b>	26.8	17.8	12.3x15.5

TABLE 4.2 – *Dimensions des 7 échantillons fatigués en compression.*

Echantillons	Longueur totale (mm)	Longueur section réduite (mm)	Sections (mm x mm)
<b>1</b>	22.5	16.3	17.3x13.2
<b>2</b>	23.2	15.2	14.2x13.2
<b>3</b>	23.3	16.0	14.4x14.1
<b>4</b>	22.4	15.7	14.2x13.8
<b>5</b>	22.4	15.3	13.4x12.7
<b>6</b>	22.5	15.3	13.0x12.5
<b>7</b>	21.6	15.1	13.8x13.1

TABLE 4.3 – *Dimensions des 7 échantillons endommagés par une compression quasi-statique.*

#### 4.4.2 Protocole

Dans le but de corrélérer le niveau des non-linéarités acoustiques avec le niveau d'endommagement mécanique et la quantification du micro-endommagement par microscopie, 7 échantillons sont fatigués en compression jusqu'à une réduction du module élastique de 50% et 7 autres échantillons ont subi une compression quasi-statique bien au-delà de la limite élastique, jusqu'à une déformation de 4%. Le protocole expérimental pour les deux types d'endommagement est le suivant :

1. prélèvement de calcanéums sur cadavres et conservation au congélateur,
2. découpe des couches corticales latérales (2 faces parallèles) puis dégraissage au CO<sub>2</sub> supercritique,
3. découpe en forme parallélépipédique puis usinage de la section réduite centrale (forme d'haltère),
4. coloration à l'alizarine complexone (fluorescence rouge),
5. mesure des non-linéarités acoustiques (3 mesures avec repositionnement de l'échantillon pour chaque mesure),
6. endommagement mécanique par fatigue en compression ou par compression quasi-statique,
7. mesure des non-linéarités acoustiques (3 mesures avec repositionnement de l'échantillon pour chaque mesure),

8. coloration à la calcéine verte (fluorescence verte),
9. encapsulage dans une résine polymère (Araldite) puis découpe en lamelles de  $300\mu\text{m}$  d'épaisseur,
10. quantification du nombre de micro-fissures créées par l'endommagement mécanique par microscopie confocale en épifluorescence.

Pour les mesures acoustiques, la fréquence de l'onde pompe est fixée à 4200 Hz, la fréquence centrale des impulsions ultrasonores varie de 400 kHz à 800 kHz selon les échantillons et la distance entre les transducteurs ultrasonores vaut 50 mm. Les échantillons sont maintenus par une pince à deux doigts plats (figure 4.20). Seules des mesures par variation dynamique de l'amplitude de l'onde pompe ont été réalisées dans ce protocole.

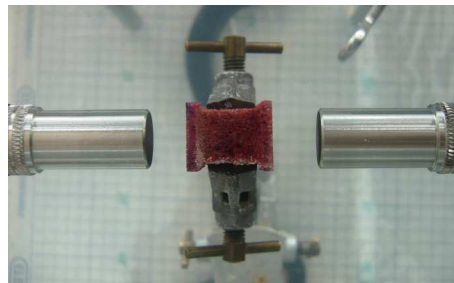


FIGURE 4.20 – Photo montrant un échantillon maintenu par la pince à deux doigts plats entre les transducteurs ultrasonores émetteur et récepteur. La couleur rouge de l'échantillon est due à la coloration à l'alizarine complexone.

La double coloration permet de distinguer les fissures créées par l'endommagement mécanique des fissures initialement présentes dans l'échantillon. L'observation au microscope confocal à épifluorescence montre que la majorité des surfaces de tissu où les fluorochromes se fixent apparaît en rouge. Si de nouvelles surfaces de tissu ont été créées par le déchirement de fibres de collagène pendant l'endommagement mécanique, c'est-à-dire si de nouvelles fissures ont été formées, celles-ci apparaîtront en vert. Ce long travail de quantification histologique du micro-endommagement, permettant l'objectivation de la quantité de micro-endommagement induit par la sollicitation mécanique, n'a pu être effectué pendant la durée de cette thèse. Il pourra être réalisé ultérieurement, la fluorescence des colorants subsiste si les échantillons sont conservés dans l'obscurité.

#### 4.4.3 Endommagement par fatigue en compression

7 échantillons ont été fatigués en compression par une déformation oscillant entre 0.1% et 0.5% à une fréquence de 1 Hz. Le tableau 4.4 récapitule les valeurs du module d'Young initial et le nombre de cycles effectués pour atteindre une réduction du module d'Young initial de 50%. On remarque que le nombre de cycles est très variable en fonction de l'échantillon (entre 220 et 1200). Ce résultat est néanmoins courant pour ce type d'essai sur l'os trabéculaire. En effet, bien que tous les échantillons aient été prélevés dans la même région et suivant la même direction du calcaneum, les disparités

des architectures trabéculaires et des arrangements lamellaires du tissu osseux entre les donneurs produisent une grande variabilité dans les mesures des paramètres mécaniques (voir chapitre 1).

Echantillons	Module d'Young initial (MPa)	Module d'Young final (MPa)	Diminution du module d'Young (%)	Nombre de cycles
M	710	314	44	680
P	170	76	45	340
Q	93	47	51	340
R	396	198	50	1680
T	51	25	49	760
X	138	74	54	220
Z	127	62	49	1200

TABLE 4.4 – *Module d'Young des échantillons fatigués en compression, au début et à la fin du test de fatigue, et nombre de cycles nécessaires pour diminuer de 50% le module d'Young initial.*

La figure 4.21 présente les diagrammes instantanés pour les modulations du temps de vol (TOFM) et de l'amplitude (REM) des impulsions ultrasonores pour l'échantillon noté Z par la suite, pour lequel les non-linéarités acoustiques ont fortement augmenté après l'endommagement mécanique par fatigue. On remarque que la pente et la valeur moyenne des TOFM et REM ont augmenté et que des hystérésis sont apparues à la suite de l'endommagement par fatigue en compression.

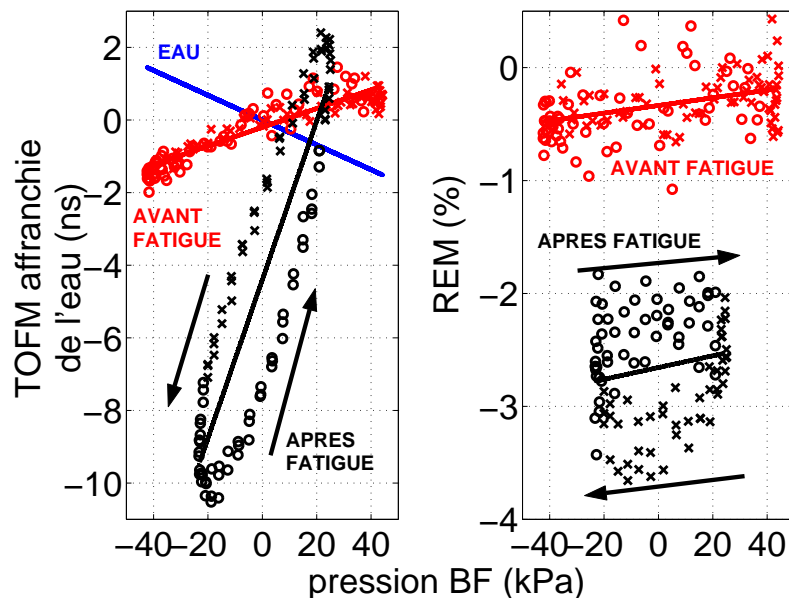


FIGURE 4.21 – Non-linéarités acoustiques élastiques (TOFM) et dissipatives (REM) mesurées avant (en rouge) et après (en noir) l'endommagement mécanique par fatigue en compression pour l'échantillon Z. Les régressions linéaires montrent une augmentation de la pente et de la valeur moyenne. La droite bleue en trait épais représente la TOFM mesurée dans l'eau sans échantillon.

Les effets non-linéaires acoustiques élastiques et dissipatifs sont quantifiés avant et après l'endommagement mécanique par une régression linéaire sur les diagrammes instantanés (figure 4.21). On relève ainsi, pour chaque échantillon, pour les 3 mesures avant l'endommagement et les 3 mesures après l'endommagement, le coefficient directeur et l'ordonnée à l'origine des régressions linéaires. La figure 4.22 présente la moyenne et l'écart type des 3 mesures acoustiques, avant l'endommagement et après l'endommagement, pour le coefficient directeur (pente) et de l'ordonnée à l'origine (constante) des TOFM et REM, pour les 7 échantillons endommagés et les 3 échantillons témoins.

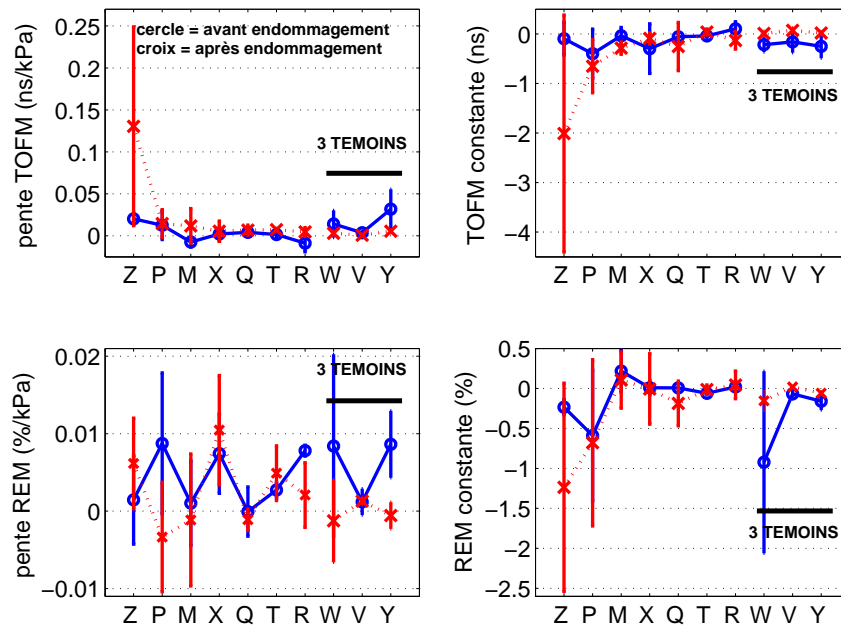


FIGURE 4.22 – Pentas et constantes obtenues par régression linéaire sur les diagrammes instantanés TOFM et REM avant (cercles bleus trait continu) et après (croix rouges trait pointillé) l'endommagement. Les lettres Z, P, M, X, Q, T, R correspondent aux 7 échantillons endommagés par fatigue en compression et les lettres W, V et Y indiquent les 3 échantillons témoins.

Dans le but de mettre en évidence l'importance de la variation des non-linéarités acoustiques par rapport à leurs valeurs avant l'endommagement, la variation relative a été calculée pour le coefficient directeur (pente) et l'ordonnée à l'origine (constante) des TOFM et REM, pour les 7 échantillons endommagés et les 3 échantillons témoins (figure 4.23). On constate une grande disparité des résultats, néanmoins les échantillons Z, M, Q et T ont au moins une des 4 grandeurs analysées (pente TOFM, constante TOFM, pente REM, constante REM) montrant une variation relative supérieure à celles des 3 échantillons témoins non-endommagés.

Pour l'échantillon Z, on remarque que la pente de TOFM a été multipliée par 6 et la constante par 20 à la suite de l'endommagement par fatigue en compression. Par conséquent, le paramètre de non-linéarité élastique quadratique  $\beta$  a augmenté d'un facteur 6,  $\beta$  est de l'ordre de -50 après l'endommagement par fatigue.

En outre, on constate que pour les 7 échantillons endommagés, la pente de TOFM a augmenté alors

que pour les témoins elle n'a pas significativement changé. La tendance pour la pente de REM est moins claire. Quant aux valeurs constantes de TOFM et REM, elles ont tendance à diminuer à la suite de l'endommagement par fatigue en compression.

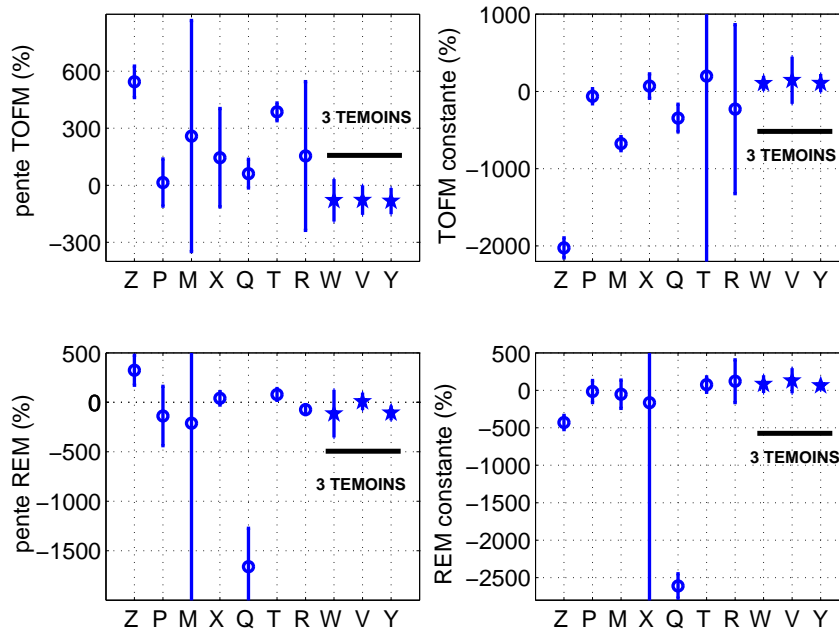


FIGURE 4.23 – Variations relatives de la pente et de la constante de la régression linéaire des diagrammes instantanés pour les modulations TOFM et REM. Les lettres Z, P, M, X, Q, T, R correspondent aux 7 échantillons endommagés par fatigue en compression et les lettres W, V et Y indiquent les 3 échantillons témoins.

Enfin, la figure 4.24 présente la moyenne des variations relatives prises en valeur absolue, mesurée après l'endommagement par fatigue, pour la pente et la constante des TOFM et REM, pour le lot d'échantillons endommagés et le lot d'échantillons témoins. Ainsi, les variations relatives prises en valeur absolue et moyennées pour le lot d'échantillons endommagés par fatigue en compression sont toutes supérieures aux variations relatives moyennées pour le lot d'échantillons témoins non-endommagés. Par conséquent, la mesure des effets non-linéaires acoustiques élastiques et dissipatifs montre une bonne sensibilité à l'augmentation du niveau d'endommagement induit par une fatigue en compression.

Parallèlement aux mesures des effets non-linéaires acoustiques, les paramètres ultrasonores linéaires, vitesse de propagation ultrasonore, atténuation à 800 kHz et pente de la dépendance en fréquence de l'atténuation dite BUA, ont été mesurés avant et après l'endommagement mécanique. Contrairement aux effets non-linéaires acoustiques, aucun des paramètres linéaires n'a montré de variation relative significative (tableau 4.5). La vitesse de groupe a été calculée à partir du premier maximum du signal. Alors que les variations relatives de la vitesse de propagation sont inférieures à 1%, les variations relatives de l'atténuation à 800 kHz et de la BUA peuvent atteindre 90%. Néanmoins, compte tenu des résultats pour les témoins non-endommagés W, V et Y, ces variations ne

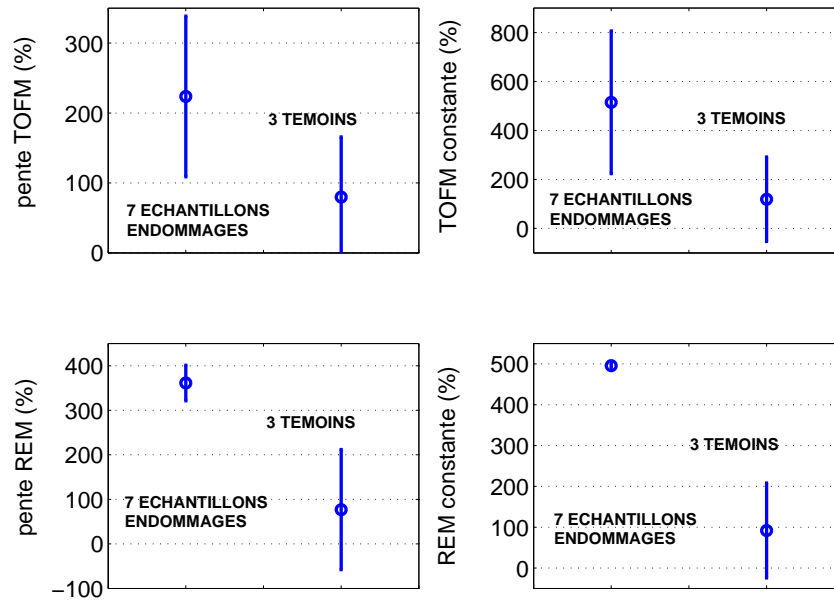


FIGURE 4.24 – Moyennes des variations relatives prises en valeur absolue pour les 7 échantillons endommagés par fatigue en compression et les 3 échantillons témoins. A cause d’une mauvaise reproductibilité, l’échantillon T a été écarté pour la constante de TOFM, l’échantillon M a été écarté pour la pente de REM et l’échantillon X a été écarté pour la constante de REM.

sont pas significatives. Ces variations importantes dans la mesure de l’atténuation à 800 kHz et de la BUA pourraient être dues à un mauvais repositionnement des échantillons.

#### 4.4.4 Endommagement par compression quasi-statique

Un protocole identique a été appliqué au second lot de 7 échantillons. Ils ont été endommagés par une compression quasi-statique jusqu’à une déformation de 4% à une vitesse de déformation de 1 mm/min. Le tableau 4.6 récapitule les valeurs du module d’Young mesurées avant et après l’endommagement. A part les échantillons 4 et 7 (mesure erronée probablement), les modules d’Young ont tous diminué après l’endommagement induit par la compression quasi-statique. L’écart type sur la mesure du module d’Young n’est pas donné car un seul essai a été réalisé. D’autre part, la déformation résiduelle (ou déformation permanente plastique) induite par la compression vaut entre 2 et 2.5%.

Les diagrammes instantanés de la figure 4.25 montrent les mesures des modulations du temps de vol et de l’énergie des impulsions ultrasonores avant et après l’endommagement par compression quasi-statique pour l’échantillon 5.

La figure 4.26 présente la moyenne et l’écart type des 3 mesures acoustiques, avant l’endommagement et après l’endommagement, pour la pente et la constante de la régression linéaire des diagrammes instantanés des TOFM et REM, pour les 7 échantillons endommagés et les 3 échantillons témoins.

	échantillons	atténuation à 800 kHz par rapport à l'eau (dB)	BUA (dB/MHz/cm)	vitesse (m/s)
<b>Avant</b>	M	47,6	16,9	1455
	P	42,7	35,3	1451
	Q	28,5	13,9	1472
	R	45,7	7,3	1488
	T	32,6	21,6	1540
	X	56,2	22,7	1884
	Z	42,7	30,7	1593
	V	24,7	11,8	1503
	W	47,0	22,1	1472
	Y	37,1	20,2	1472
<b>Après</b>	M	51,7	25,5	1457
	P	35,2	22,9	1462
	Q	26,6	5,3	1477
	R	41,8	0,4	1484
	T	33,6	18,2	1525
	X	56,2	23,3	1887
	Z	47,7	29,4	1604
	V	18,3	2,6	1511
	W	43,2	10,5	1479
	Y	33,5	9,0	1470
<b>Variations</b>	M	<b>59,2</b>	<b>51,1</b>	<b>0,1</b>
	P	<b>-57,5</b>	<b>-35,2</b>	<b>0,8</b>
	Q	<b>-18,9</b>	<b>-61,9</b>	<b>0,3</b>
	R	<b>-35,6</b>	<b>-94,7</b>	<b>-0,3</b>
	T	<b>13,2</b>	<b>-15,8</b>	<b>-1,0</b>
	X	<b>0,1</b>	<b>2,5</b>	<b>0,2</b>
	Z	<b>77,7</b>	<b>-4,4</b>	<b>0,7</b>
	V	<b>-52,3</b>	<b>-78,0</b>	<b>0,5</b>
	W	<b>-35,6</b>	<b>-52,4</b>	<b>0,5</b>
	Y	<b>-33,7</b>	<b>-55,5</b>	<b>-0,1</b>
<b>relatives (%)</b>				

TABLE 4.5 – Variation des paramètres acoustiques linéaires pour les échantillons endommagés par fatigue en compression.

Echantillons	Module d'Young (MPa)		
	initial	après compression	variation relative (%)
<b>1</b>	19	12	-37
<b>2</b>	128	16	-87
<b>3</b>	124	17	-86
<b>4</b>	59	109	+85
<b>5</b>	54	35	-35
<b>6</b>	50	25	-50
<b>7</b>	84	110	+31

TABLE 4.6 – Module d'Young des échantillons du lot 2.

La figure 4.27 présente la variation relative mesurée après l'endommagement par compression quasi-statique, pour la pente et la constante des TOFM et REM, pour les 7 échantillons endommagés et les 3 échantillons témoins. On constate une grande disparité des résultats, néanmoins les échantillons 4, 5 et 6 ont au moins une des 4 grandeurs analysées (pente TOFM, constante TOFM,



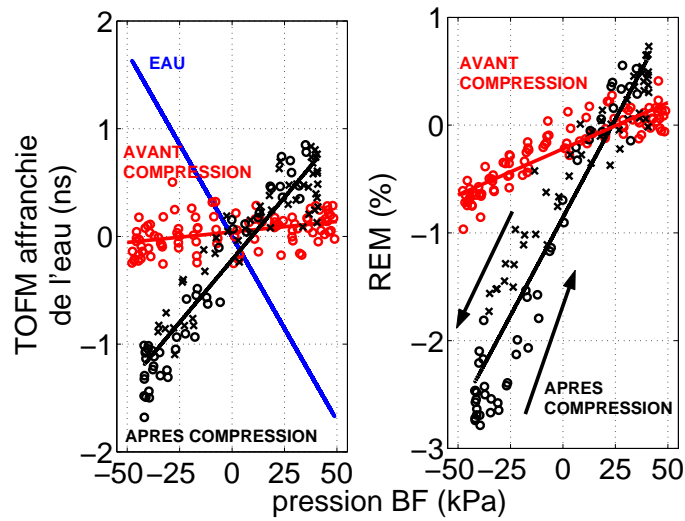


FIGURE 4.25 – Non-linéarités acoustiques élastiques (TOFM) et dissipatives (REM) mesurées avant (en rouge) et après (en noir) l'endommagement mécanique par compression quasi-statique pour l'échantillon 5. Les régressions linéaires montrent une augmentation de la pente et de la valeur moyenne. La droite bleue en trait épais représente la TOFM mesurée dans l'eau sans échantillon.

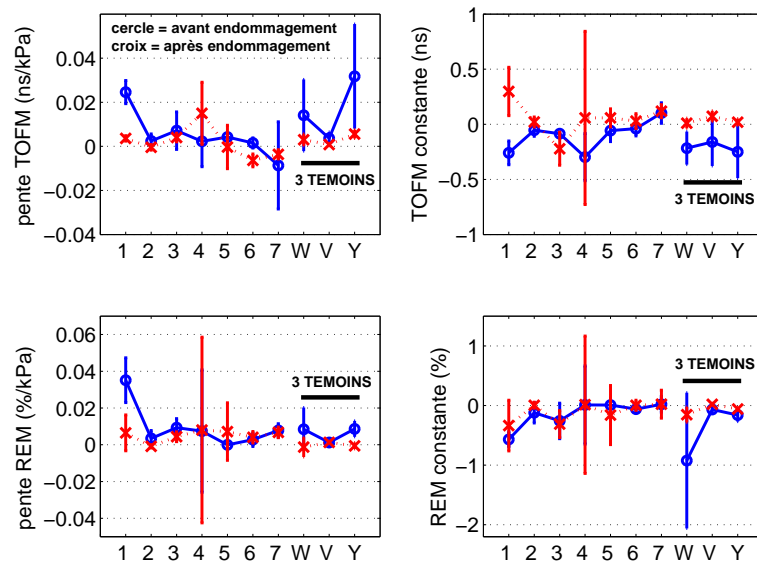


FIGURE 4.26 – Pente et constante de la régression linéaire des diagrammes instantanés pour les TOFM et REM, avant (cercles bleus trait continu) et après (croix rouges trait pointillé) l'endommagement. Indices 1 à 7 : échantillons endommagés, lettres W, V et Y : échantillons témoins.

pente REM, constante REM) montrant une variation relative supérieure à celles des 3 échantillons témoins non-endommagés. Pour l'échantillon 5 par exemple, la pente de REM après l'endommagement est deux ordres de grandeur supérieure à celle mesurée avant l'endommagement. Contrairement à l'endommagement par fatigue en compression, il est difficile de dégager des tendances des variations relatives des 4 paramètres calculés.

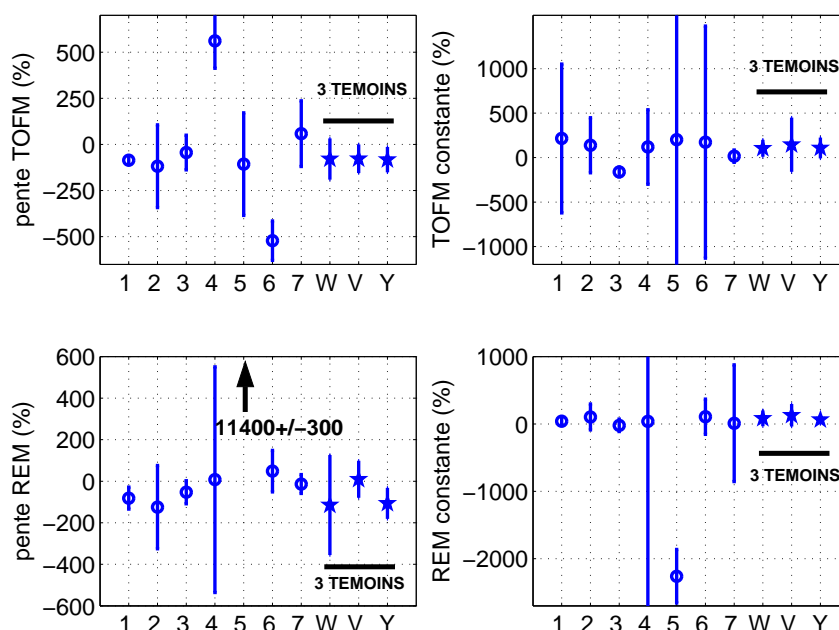


FIGURE 4.27 – Variations relatives de la pente et de la constante de la régression linéaire des diagrammes instantanés pour les modulations TOFM et REM. Indices 1 à 7 : échantillons endommagés, lettres W, V et Y : échantillons témoins.

Enfin, la figure 4.28 présente la moyenne des variations relatives prises en valeur absolue, mesurée après l'endommagement par compression quasi-statique, pour la pente et la constante des TOFM et REM, pour le lot d'échantillons endommagés et le lot d'échantillons témoins.

Les tendances qui apparaissent en moyenne sur les groupes (endommagés et témoins) sont essentiellement liées à une variation relative importante d'un voire deux échantillons. Les paramètres non-linéaires ont donc en moyenne été peu sensibles à l'endommagement créé. Des études ont montré que l'endommagement par compression quasi-statique est relativement localisé, sous forme de microfissures et de travées cassées. Au contraire, une fatigue en compression produit un endommagement dans l'ensemble de l'échantillon essentiellement sous forme de microfissures (voir chapitre 1, partie 1.2). Trois raisons pourraient expliquer cette faible sensibilité des effets acoustiques non-linéaires à l'endommagement par compression quasi-statique :

- soit la méthode trouve ici sa sensibilité limite pour ce type d'endommagement et pour la quantité de microfissures et de travées cassées que cet endommagement mécanique peut créer,
- soit l'endommagement créé pendant la compression quasi-statique est resté localisé au niveau des travées extérieures, en contact avec les plateaux de la machine de test. Pour s'en affranchir, un encapsulage des extrémités des échantillons dans une résine serait probablement nécessaire,
- soit la direction de propagation des impulsions ultrasonores (selon l'axe du réseau principal trabéculaire) n'a pas favorisé la détection de ce type d'endommagement. En effet, la compression ayant été effectuée selon cet axe (forte rigidité), ce sont les travées transverses (plus fines) qui ont probablement cassé.

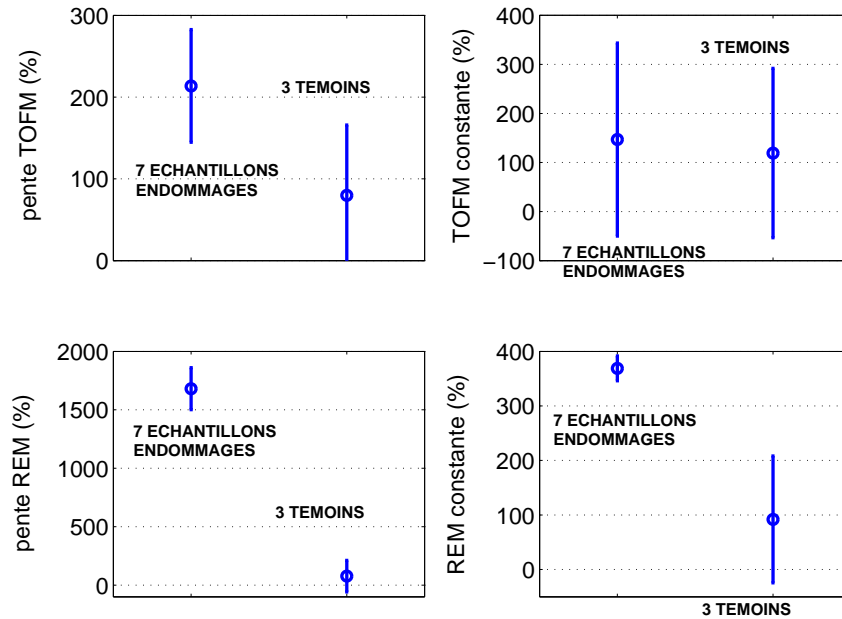


FIGURE 4.28 – Moyennes des variations relatives prises en valeur absolue pour les 7 échantillons endommagés par compression quasi-statique et les 3 échantillons témoins. A cause d’une mauvaise reproductibilité, l’échantillon 5 a été écarté pour la constante de TOFM et l’échantillon 4 a été écarté pour la constante de REM.

Par ailleurs, les valeurs relatives avant et après endommagement des paramètres ultrasonores linéaires, vitesse de propagation ultrasonore, atténuation à 800 kHz et BUA n’ont pas montré de variations relatives significatives (tableau 4.7). La vitesse de groupe a ici également été calculée à partir du premier maximum du signal. Ce constat est en accord avec les résultats d’une étude réalisée sur l’os trabéculaire du calcaneum, où les mesures ultrasonores ont été réalisées par contre dans la direction médio-latérale [42].

#### 4.4.5 Perspectives et optimisation de l’étude

Cette étude préliminaire avait pour objectif de quantifier et qualifier la sensibilité de cette technique de mesure des effets non-linéaires acoustiques à un micro-endommagement induit *in vitro*. Plusieurs pistes d’amélioration du protocole sont à envisager.

Tout d’abord, l’onde rapide a été observée pour quelques échantillons. Néanmoins, sa faible amplitude fournit des modulations du temps de vol et de l’amplitude ultrasonore très bruitées. Par conséquent, elle n’a pas été exploitée. L’utilisation de l’onde rapide serait en outre intéressante car elle s’est propagée dans une quantité de tissu osseux plus importante que l’onde lente. Par conséquent, elle devrait être *a priori* plus sensible à la présence de micro-endommagement que l’onde lente.

Par ailleurs, l’influence de l’anisotropie de l’architecture trabéculaire sur la mesure des non-linéarités acoustiques n’a pas été étudiée dans ce protocole. Il serait intéressant de réaliser le même protocole avec des échantillons cubiques de largeur suffisante ( $>20$  mm) et d’effectuer les mesures acoustiques

	échantillons	atténuation à 800 kHz par rapport à l'eau (dB)	BUA (dB/MHz/cm)	vitesse (m/s)
<b>Avant</b>	<b>1</b>	36,1	10,5	1495
	<b>2</b>	19,8	9,4	1485
	<b>3</b>	24,3	10,1	1484
	<b>4</b>	60,6	12,9	1513
	<b>5</b>	37,7	12,7	1481
	<b>6</b>	32,3	10,9	1503
	<b>7</b>	49,4	12,7	1473
	<b>V</b>	24,7	11,8	1503
	<b>W</b>	47,0	22,1	1472
	<b>Y</b>	37,1	20,2	1472
<b>Après</b>	<b>1</b>	17,5	9,5	1511
	<b>2</b>	24,6	3,2	1484
	<b>3</b>	25,9	4,9	1487
	<b>4</b>	64,6	11,9	1423
	<b>5</b>	43,1	10,7	1479
	<b>6</b>	33,2	10,1	1511
	<b>7</b>	47,5	13,5	1463
	<b>V</b>	18,3	2,6	1511
	<b>W</b>	43,2	10,5	1479
	<b>Y</b>	33,5	9,0	1470
<b>Variations</b>	<b>1</b>	<b>-88,2</b>	<b>-9,5</b>	<b>1,1</b>
	<b>2</b>	<b>72,5</b>	<b>-66,3</b>	<b>-0,1</b>
	<b>3</b>	<b>19,6</b>	<b>-51,6</b>	<b>0,2</b>
	<b>4</b>	<b>58,7</b>	<b>-7,8</b>	<b>-5,9</b>
	<b>5</b>	<b>86,3</b>	<b>-15,4</b>	<b>-0,1</b>
	<b>6</b>	<b>11,1</b>	<b>-7,6</b>	<b>0,5</b>
	<b>7</b>	<b>-19,3</b>	<b>6,5</b>	<b>-0,7</b>
	<b>V</b>	<b>-52,3</b>	<b>-78,0</b>	<b>0,5</b>
	<b>W</b>	<b>-35,6</b>	<b>-52,4</b>	<b>0,5</b>
	<b>Y</b>	<b>-33,7</b>	<b>-55,5</b>	<b>-0,1</b>

TABLE 4.7 – *Variation des paramètres acoustiques linéaires pour les échantillons endommagés par compression quasi-statique.*

dans les trois directions des échantillons. En effet, la variabilité des résultats obtenus suggère que le micro-endommagement induit produit des effets acoustiques non-linéaires anisotropes.

Bien que les échantillons aient été découpés en forme d'haltère, un encapsulage des extrémités dans une résine (type Araldite) privilégierait davantage une concentration des déformations dans l'échantillon lui-même.

En outre, il serait vraisemblablement avantageux d'endommager des calcaneums entiers dans la direction de leur chargement physiologique. Ainsi, des mesures localisées des effets non-linéaires acoustiques pourraient être effectuées dans différentes régions de l'os.

Enfin, l'analyse histologique qui n'a pas pu être réalisée pendant la durée de la thèse devrait éclairer les différentes hypothèses précédemment mentionnées.

#### 4.4.6 Objectivation du niveau d'endommagement par microscopie - Résultats préliminaires qualitatifs des échantillons fatigués en compression

Pour chaque échantillon du lot fatigué en compression, deux tranches d'épaisseur entre 200 et 300  $\mu\text{m}$  ont été découpées dans la direction de la sollicitation mécanique. L'utilisation d'un microscope confocal laser en épifluorescence permet de révéler, en rouge (alizarine complexone) l'endommagement présent dans le tissu osseux avant l'endommagement mécanique, et en vert (calcéine verte) l'endommagement induit par la fatigue en compression. Parmi les 7 échantillons fatigués en compression, seul l'échantillon Z présentait des non-linéarités acoustiques, significatives avant l'endommagement mécanique, et qui ont augmenté nettement après l'endommagement (voir figure 4.22). D'autre part, l'observation des échantillons au microscope a montré que, contrairement aux autres échantillons, l'échantillon Z montrait de nombreuses fissures rouges et vertes (figures 4.29, 4.30, 4.31, 4.32 et 4.33). Par conséquent, l'échantillon Z était significativement endommagé avant la fatigue et son niveau d'endommagement a été augmenté par la fatigue. Deux types de fissures apparaissent en vert : des fissures issues de la propagation d'une fissure existant avant l'endommagement mécanique et de nouvelles fissures créées par la fatigue en compression. La densité de fissures linéiques dans l'échantillon Z est de l'ordre de 1 fissure par  $\text{mm}^2$  de tissu osseux. Une première étude quantitative a montré que cette densité a plus que doublé à la suite de l'endommagement par fatigue.

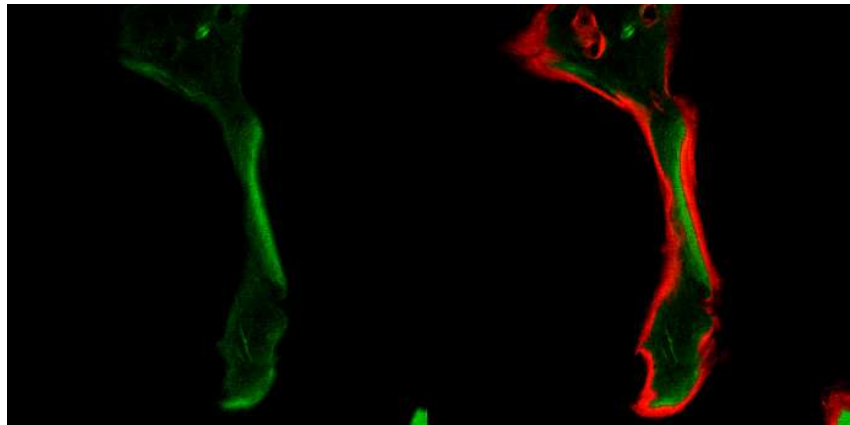


FIGURE 4.29 – Zones d'endommagement diffus créées par la fatigue en compression dans l'échantillon Z.

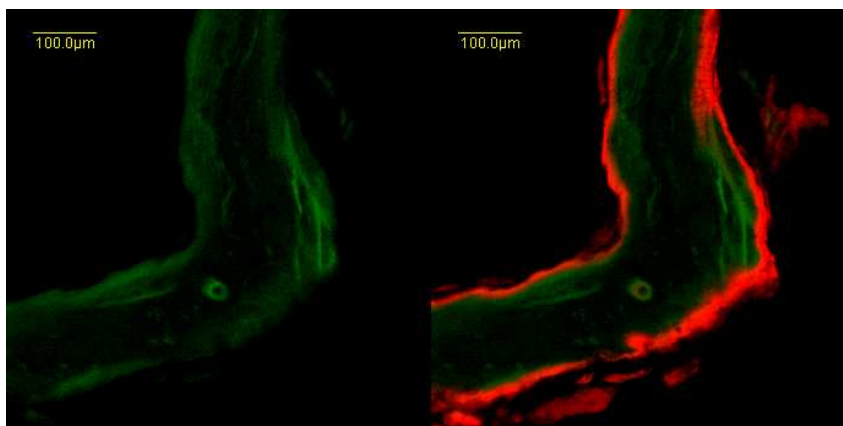


FIGURE 4.30 – Fissures semblant provenir de l’extension d’un endommagement existant avant l’endommagement mécanique dans l’échantillon Z.

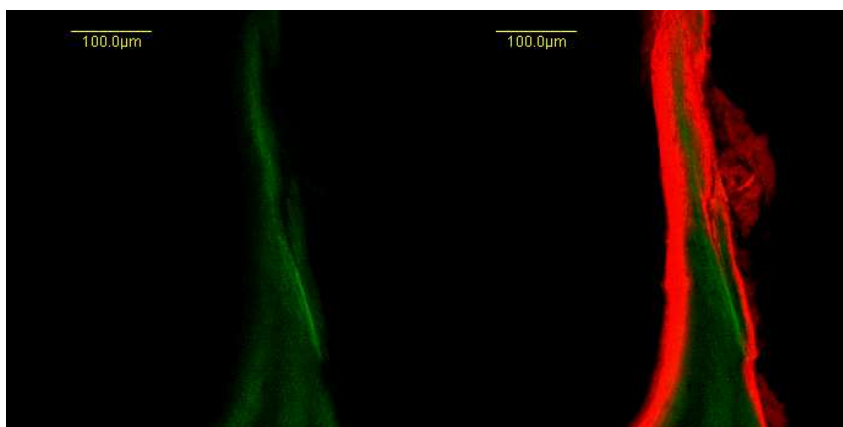


FIGURE 4.31 – Fissure semblant provenir de l’extension d’une fissure existant avant l’endommagement mécanique dans l’échantillon Z.

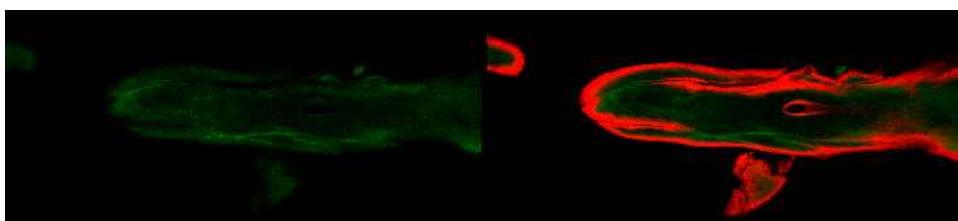


FIGURE 4.32 – Fissure semblant provenir de l’extension d’une fissure existant avant l’endommagement mécanique dans l’échantillon Z.



FIGURE 4.33 – Fissure créée dans une direction transverse de l’axe d’une travée de l’échantillon Z par la fatigue en compression.

Au contraire, dans les 6 autres échantillons fatigués et les 3 échantillons témoins, les fissures sont très rares. De plus, lorsqu'une fissure existait avant l'endommagement (colorée en rouge) il n'apparaît généralement pas de propagation de celle-ci car la coloration verte se superpose à la coloration rouge (figures 4.34 et 4.35).

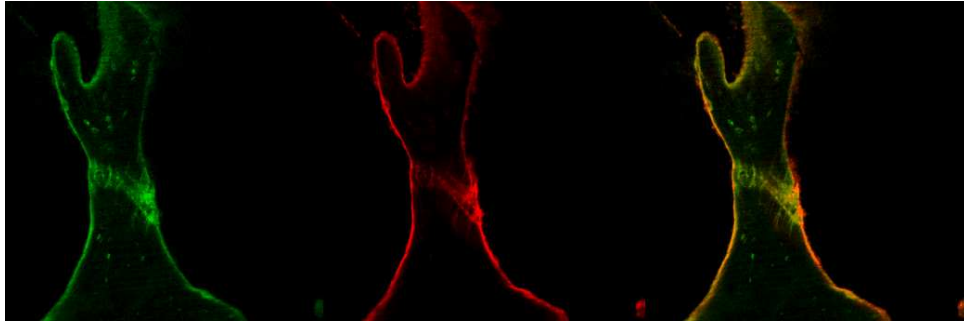


FIGURE 4.34 – Fissure observée dans l'échantillon T. La fatigue en compression n'a pas provoqué de propagation de la fissure.

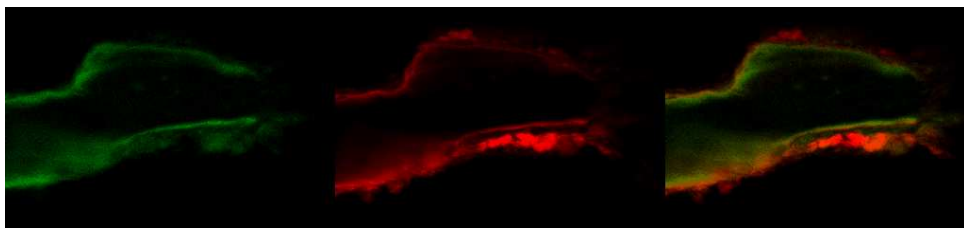


FIGURE 4.35 – Fissure observée dans l'échantillon témoin T. Les colorations rouge et verte se superposent.

L'analyse histologique qualitative est donc en accord avec les mesures des non-linéarités acoustiques, les non-linéarités acoustiques sont d'autant plus fortes que la densité de fissures est importante. Une étude quantitative permettra par la suite de relier l'amplitude et le type de non-linéarités acoustiques à la densité et au type de fissures contenues dans le tissu osseux.

#### 4.4.7 Tableau récapitulatif des mesures acoustiques non linéaires



matériau	$K = \rho c^2$ (GPa)	élasticité NL (TOFM)	dissipation NL (REM)	asymétrie Traction-Compression (TOFM ou REM)
calcanéum cuisson trichloro. A (zone 0)	3.2	$\beta = 10$	$\alpha_D = 600$	oui
calcanéum cuisson trichloro. A (zone 1)	3.9	$\beta = 135$ $\delta = 3.10^6$	$\alpha_D = 8.10^3$	oui
calcanéum cuisson trichloro. A (zone 2)	3.7	$\beta = 150$ $\delta = 4.10^6$	$\alpha_D = 2.10^4$	oui
calcanéum $CO_2$ supercritique B	3.5	$\beta = -5$ $\delta = -10^5$	$\alpha_D = 100$	oui
calcanéum $CO_2$ supercritique C	3.5	$\beta = -100$	$\alpha_D = 3.10^3$	oui
échantillon Z endommagé	2.8	$\beta = -50$	$\alpha_D = 150$	oui
échantillon 5 endommagé	2.4	$\beta = -6$	$\alpha_D = 200$	oui

TABLE 4.8 – Tableau récapitulatif des mesures acoustiques non linéaires dans l'os trabéculaire du calcanéum (l'incertitude de la mesure des paramètres vaut 15%).

## Bibliographie

- [1] J.F. Allard. *Propagation of Sound in Porous Media : Modeling Sound Absorbing Materials*. Elsevier Applied Science, 1993.
- [2] A. Hosokawa and T. Otani. Ultrasonic wave propagation in bovine cancellous bone. *J. Acoust. Soc. Am.*, 101(1) :558–562, 1997.
- [3] A. Hosokawa and T. Otani. Acoustic anisotropy in bovine cancellous bone. *J. Acoust. Soc. Am.*, 103(5) :2718–2722, 1998.
- [4] E. Bossy, F. Padilla, F. Peyrin, and P. Laugier. Three-dimensional simulation of ultrasound propagation through trabecular bone structures measured by synchrotron microtomography. *Phys. Med. Biol.*, 50(23) :5545–56, 2005.
- [5] P.H. Nicholson. Some aspects of the atypical acoustic behavior of cancellous bone. In *J. Acoust. Soc. Am. (148th Meeting : Acoustical Society of America)*, volume 116(4), Pt. 2, 2004.
- [6] J.D. Bryant, T. David, P.H. Gaskell, S. King, and G. Lond. Rheology of bovine bone marrow. *Proc.Inst. Mech.Eng., part H J. Eng. Med.*, 203(2) :771–775, 1989.
- [7] E. Bossy, P. Laugier, F. Peyrin, and F. Padilla. Attenuation in trabecular bone : A comparison between numerical simulation and experimental results in human femur. *J Acoust Soc Am.*, 122(4) :2469–2475, 2007.
- [8] S. Chaffai, F. Padilla, G. Berger, and P. Laugier. In vitro measurement of the frequency-dependent attenuation in cancellous bone between 0.2 and 2 mhz. *J. Acoust. Soc. Am.*, 108 (3) :1281–1289, 2000.
- [9] C.F. Njeh, T. Fuerst, E. Diessel, and H.K. Genant. Is quantitative ultrasound dependent on bone structure? a reflection. *Osteoporos Int.*, 12 :1–15, 2001.
- [10] C.M. LANGTON, C.F. NJEH, R. HODGSKINSON, and J.D. CURREY. Prediction of mechanical properties of the human calcaneus by broadband ultrasonic attenuation. *Bone*, 18(6) :495–503, 1996.
- [11] M.A. Gomez, M. Defontaine, B. Giraudeau, E. Camus, L. Colin, P. Laugier, and F. Patat. In vivo performance of a matrix-based quantitative ultrasound imaging device dedicated to calcaneus investigation. *Ultrasound in Medicine and Biology*, 28(10) :1285–1293, 2002.
- [12] K.A. Wear, A. Laib, A.P. Stuber, and J.C. Reynolds. Comparison of measurements of phase velocity in human calcaneus to biot theory. *J. Acoust. Soc. Am.*, 117(5) :3319–3324, 2005.
- [13] P. Droin, G. Berger, and P. Laugier. Velocity dispersion of acoustic waves in cancellous bone. *IEEE Trans.Ultrason.,Ferroelect.,Freq.Contr.*, 26(4) :641–646, 2000.
- [14] K.A. Wear. Measurements of phase velocity and group velocity in human calcaneus. *Ultrasound Med. Biol.*, 26(4) :641–646, 2000.
- [15] K.R. Marutyan, M.R. Holland, and J.G. Miller. Anomalous negative dispersion in bone can result from the interference of fast and slow waves. *J. Acoust. Soc. Am.*, 120(5) :EL55–EL61, 2006.
- [16] A.Q. Bauer, K.R. Marutyan, M.R. Holland, and J.G. Miller. Negative dispersion in bone : The role of interference in measurements of the apparent phase velocity of two temporally overlapping signals. *J. Acoust. Soc. Am.*, 123(4) :2407–2414, 2008 – Volume.
- [17] K.A. Wear. Group velocity, phase velocity, and dispersion in human calcaneus *in vivo*. *J. Acoust. Soc. Am.*, 121(4) :2431–2437, 2007.
- [18] J.M. Alves, J.T. Ryaby, J.J. Kaufman, F.P. Magee, and R.S. Siffert. Influence of marrow on ultrasonic velocity and attenuation in bovine trabecular bone. *Calcif Tissue Int.*, 58(5) :362–367, 1996.
- [19] B.K. Hoffmeister, J.A. Auwarter, and J.Y. Rho. Effect of marrow on the high frequency ultrasonic properties of cancellous bone. *Phys Med Biol.*, 47(18) :3419–3427, 2002.

- [20] P.H.F. Nicholson and M.L. Bouxsein. Bone marrow influences quantitative ultrasound measurements in human cancellous bone. *Ultrasound in Med. & Biol.*, 28(3) :369–375, 2002.
- [21] A.A. El-Sariti, J.A. Evans, and J.G. Truscott. The temperature dependence of the speed of sound in bovine bone marrow at 750 khz. *Ultrasound in Medicine & Biology*, 32(6) :985–989, 2006.
- [22] M.L. McKelvie and S.B. Palmer. The interaction of ultrasound with cancellous bone. *Phys Med Biol.*, 36(10) :1331–1340, 1991.
- [23] W.L. Nyborg. Biological effects of ultrasound : development of safety guidelines. part i : personal histories. *Ultrasound Med Biol.*, 26(6) :911–64, 2000.
- [24] W.L. Nyborg. Biological effects of ultrasound : development of safety guidelines. part ii : general review. *Ultrasound Med Biol.*, 27(3) :301–333, 2001.
- [25] S.B. Barnett, G.R. Ter Haar, M.C. Ziskin, H.D. Rott, F.A. Duck, and K. Maeda. International recommendations and guidelines for the safe use of diagnostic ultrasound in medicine. *Ultrasound Med Biol.*, 26(3) :355–366, 2000.
- [26] F.A. Duck. Medical and non-medical protection standards for ultrasound and infrasound. *Prog Biophys Mol Biol.*, 93(1-3) :176–191, 2007.
- [27] R. Putz, R. Pabst, and J. Sobotta. *Atlas d' Anatomie humaine, vol. 1*. Editions médicales Internationales, Paris, 1994.
- [28] G. Renaud, S. Callé, J.-P. Remenieras, and M. Defontaine. Exploration of trabecular bone nonlinear elasticity using time-of-flight modulation. *IEEE Trans. UFFC*, 55(7) :1497–1507, 2008.
- [29] M. Rupprecht, P. Pogoda, M. Mumme, J.M. Rueger, K. Püschel, and M. Amling. Bone microarchitecture of the calcaneus and its changes in aging : A histomorphometric analysis of 60 human specimens. *J Orthop Res*, 24(4) :664–674, 2006.
- [30] D.M. Donskoy and A. Sutin. Nonlinear acoustic parameter of trabecular bone. In *J. Acoust. Soc. Am.*, volume 102(5), page 3155, 1997.
- [31] P. Johnson and A. Sutin. Slow dynamics and anomalous nonlinear fast dynamics in diverse solids. *J. Acoust. Soc. Am.*, 117(1) :124–130, 2005.
- [32] R.A. Guyer, J. TenCate, and P. Johnson. Hysteresis and the dynamic elasticity of consolidated granular materials. *Phys Rev Lett.*, 82(16) :3280–3283, 1999.
- [33] Z.E.A. Fellah, J.Y. Chapelon, S. Berger, W. Lauriks, and C. Depollier. Ultrasonic wave propagation in human cancellous bone : Application of biot theory. *J. Acoust. Soc. Am.*, 116 :61–73, 2004.
- [34] E. F. Morgan, O. C. Yeh, and T. M. Keaveny. Damage in trabecular bone at small strains. *Eur. J. Morphol.*, 42(1-2) :13–21, 2005.
- [35] N.L. FAZZALARI, M.R. FORWOOD, B.A. MANTHEY, K. SMITH, and P. KOLESIK. Three-dimensional confocal images of microdamage in cancellous bone. *Bone*, 23(4) :373–378, 1998.
- [36] S. Callé. *Application de la force de radiation ultrasonore à l'imagerie d'élasticité des tissus biologiques*. PhD thesis, University of Tours (France), 2003.
- [37] J.F. Mano. Viscoelastic properties of bone : Mechanical spectroscopy studies on a chicken model. *Materials Science and Engineering C*, 25 :145–152, 2005.
- [38] J. Yamashita, X. Li, B.R. Furman, H.R. Rawls, X. Wang, and C.M. Agrawal. Collagen and bone viscoelasticity : A dynamic mechanical analysis. *J. Biomed. Mater. Res. (Appl. Biomater.)*, 63 :31–36, 2002.
- [39] Hélène Moreschi. Quantification du niveau d'endommagement dans le tissu osseux trabéculaire par une méthode d'acoustique non-linéaire. Master's thesis, Université du Maine (Le Mans), 2008.

- [40] M. Muller, D. Mitton, M. Talmant, P.A. Johnson, and P. Laugier. Nonlinear ultrasound can detect accumulated damage in human bone. *J. Biomech.*, 41(5) :1062–1068, 2008.
- [41] Julie Blanchi. Expérimentations biomécaniques et mesures ultrasonores non-linéaires pour l'étude de l'endommagement de l'os spongieux. Master's thesis, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (Paris), 2008.
- [42] P.H. Nicholson and M.L. Bouxsein. Quantitative ultrasound does not reflect mechanically induced damage in human cancellous bone. *J. Bone Miner. Res.*, 15(12) :2467–72, 2000.



# Conclusion

Dans le contexte du diagnostic de la fragilité osseuse, une méthode de mesure des effets non-linéaires acoustiques, localisée et sans contact, a été développée dans le but de quantifier et de qualifier le micro-endommagement du tissu osseux. En effet, l'accumulation du micro-endommagement, sous forme de micro-fissures ou de fractures de travées, pourrait constituer une cause ou une conséquence de la dégradation des propriétés mécaniques osseuses. Par conséquent, une mesure *in vivo* non-invasive du niveau d'endommagement constituerait une évaluation de la qualité du tissu osseux complémentaire au diagnostic par DEXA, méthode de référence actuelle pour l'évaluation du risque de fracture osseuse, et complémentaire au diagnostic par les techniques ultrasonores linéaires. Comme exposés dans le chapitre 2, les effets acoustiques non-linéaires élastiques et dissipatifs sont hautement sensibles à la présence et à la quantité d'endommagement dans les matériaux.

La configuration de mesure développée dans ce travail de thèse s'inspire des méthodes de mesure des paramètres ultrasonores linéaires (vitesse de propagation et atténuation) mises au point pour la caractérisation ultrasonore en transmission transverse de l'os trabéculaire du calcaneum. Elle permet la mesure des effets non-linéaires acoustiques élastiques et dissipatifs associés à l'interaction acoustique non-linéaire entre une onde acoustique basse-fréquence, dite « onde pompe », et des impulsions ultrasonores, dites « ondes sondes ». La longueur d'onde basse-fréquence, environ dix fois supérieure à la taille du calcaneum, permet de générer une variation sinusoïdale de la pression hydrostatique autour de la pression atmosphérique au sein même de l'échantillon. Les impulsions ultrasonores sont émises à une cadence de tir environ dix fois supérieure à la fréquence de l'onde pompe basse-fréquence, de sorte qu'il est possible de sonder le matériau testé pour différentes valeurs de la contrainte hydrostatique, en traction et en compression. De plus, la résolution latérale du faisceau ultrasonore, de l'ordre de 1cm, permet une mesure sans contact et localisée des effets non-linéaires acoustiques, de sorte que la détection d'une zone présentant des non-linéarités acoustiques maximales est possible. La mesure aboutit *in fine* à deux diagrammes représentant les variations instantanées du temps de vol (TOFM) et les variations instantanées de l'amplitude ou de l'énergie (RAM ou REM) des impulsions ultrasonores en fonction des variations instantanées de la pression hydrostatique. Le calcul des paramètres acoustiques non-linéaires élastiques et dissipatif s'obtient à partir de ces deux diagrammes instantanés ou à partir d'une analyse dans le domaine fréquentiel, permettant une quantification des effets non-linéaires élastiques et dissipatifs à la fréquence nulle (valeur moyenne), à la fréquence fondamentale

de l'onde acoustique basse-fréquence (modulation d'ordre 1) et à la fréquence double (modulation d'ordre 2). Ces paramètres permettent de quantifier et de qualifier ces effets non-linéaires acoustiques.

La méthode a d'abord été validée dans des fluides et des solides homogènes non-endommagés, comme l'eau et un échantillon de polymère (PMMA). Pour ces matériaux, l'effet acousto-élastique module la vitesse de propagation ultrasonore à la fréquence de l'onde basse-fréquence et aucune modulation de l'atténuation ultrasonore n'est mesurée. Au contraire, dans les cas d'une plaque de Pyrex fissurée, d'un cylindre de silicone fissuré ou d'un milieu granulaire non-consolidé constitué de billes de verre, on mesure des modulations du temps de vol et de l'amplitude des impulsions ultrasonores. Ces effets acoustiques non-linéaires sont dus à l'ouverture et à la fermeture des fissures ou des contacts entre les billes sous l'effet de l'onde acoustique basse-fréquence. Aussi, dans les matériaux endommagés (fissurés) ou granulaires, on mesure des non-linéarités acoustiques qualitativement et quantitativement différentes de celles mesurées dans l'eau ou le PMMA. Ces non-linéarités dites non-classiques peuvent s'exprimer par une asymétrie dans les comportements mesurés en traction et en compression, une hystérésis, une valeur moyenne non-nulle, ou une valeur non-nulle à pression acoustique basse-fréquence nulle. Les hystérésis peuvent être induites à la fois par les effets visco-élastiques linéaires et par les non-linéarités élastiques non-classiques. Dans un matériau visco-élastique fissuré, il est donc difficile de déterminer la part de l'hystérésis uniquement due aux fissures. En outre, pour les cas du miel non-cristallisé et d'un échantillon de silice, on mesure un paramètre de non-linéarité élastique quadratique  $\beta$  négatif alors qu'il est généralement positif dans d'autres matériaux. Des effets visco-élastiques non-linéaires de type rhéo-fluidifiants pourraient être responsables du signe négatif de ce paramètre. Par ailleurs, des entailles effectuées sur les travées de mousses polyester de porosité connectée élevée (98%) ne produit pas de surcroît de non-linéarités acoustiques mesurable par rapport à la même mousse non-endommagée.

Les non-linéarités acoustiques ont ensuite été mesurées dans des calcanéums entiers. Le volume d'interaction des faisceaux acoustiques basse-fréquence et ultrasonore étant plus petit que l'échantillon, il est possible de mesurer localement les non-linéarités acoustiques dans différentes régions de l'os. Trois échantillons sur neuf ont montré, dans la région de faible porosité uniquement, des non-linéarités acoustiques qualitativement différentes de celles mesurées dans l'eau et dont l'amplitude est d'un ordre de grandeur supérieure (pour la TOFM). En conclusion, il semble qu'une quantité minimale de tissu osseux (porosité inférieure à 90%) et/ou qu'une quantité minimale de micro-endommagement soient nécessaires pour générer des non-linéarités acoustiques suffisantes pour être détectées par cette technique. Lorsque des non-linéarités acoustiques et dissipatives sont mesurées dans la région de faible porosité du calcanéum, le paramètre non-linéaire élastique quadratique  $\beta$  est d'un ordre de grandeur supérieur aux valeurs mesurées dans les solides non-endommagés. De plus, les paramètres de non-linéarité élastique cubique  $\delta$  et de non-linéarité dissipative  $\alpha_D$  sont de



l'ordre de grandeur des valeurs mesurées dans certaines roches et certains matériaux endommagés ou granulaires par d'autres techniques de mesure. Enfin, la technique de suppression de la moelle osseuse semble affecter qualitativement les effets non-linéaires acoustiques. En effet, alors que la modulation du temps de vol ultrasonore (TOFM) est en opposition de phase avec la pression acoustique basse-fréquence ( $\beta > 0$ ) pour l'échantillon dégraissé par cuisson et trempé dans un bain de trichloroéthylène, la TOFM est en phase avec la pression basse-fréquence ( $\beta < 0$ ) pour les échantillons dégraissés par un traitement au  $\text{CO}_2$  supercritique qui ne dénature pas le tissu osseux. Aussi, le premier traitement pourrait altérer les propriétés visco-élastiques (en particulier la viscosité non-linéaire) du tissu osseux en dénaturant le collagène qui est responsable du comportement visco-élastique des os.

De plus, dans le but d'objectiver la sensibilité de la méthode au niveau d'endommagement de l'os trabéculaire, sept échantillons parallélépipédiques ont subi un endommagement mécanique important par fatigue en compression (50% de réduction du module d'Young). Trois échantillons témoins ont également été découpés et n'ont pas subi d'endommagement mécanique. Ces dix échantillons ont été découpés dans la région de porosité moyenne du calcanéum, selon la direction principale du réseau trabéculaire du calcanéum. Pour quatre des sept échantillons endommagés, les non-linéarités acoustiques ont augmenté significativement à la suite de l'endommagement mécanique. Un échantillon a par exemple vu son paramètre non-linéaire élastique quadratique  $\beta$  multiplié par six à la suite de l'endommagement. Au contraire, les paramètres linéaires (vitesse de propagation et atténuation) n'ont pas montré de variation significative. Néanmoins, il est certain que si les échantillons ont tous vu leur module d'Young diminuer de 50%, le nombre de fissures et de fractures de travées créées est variable. En effet, bien que non vérifié dans ce travail, l'architecture des échantillons peut être très différente d'un individu à l'autre. En particulier, une anisotropie importante de la structure trabéculaire pourrait être la cause de la création exagérée de micro-endommagement. De même, un autre lot de sept échantillons a subi un endommagement par compression quasi-statique jusqu'à une déformation de 4%. Contrairement à la fatigue, cet modalité d'endommagement n'a pas généré de tendance générale sur les variations des effets non-linéaires acoustiques mesurés avant et après la compression. En effet, seulement trois des sept échantillons endommagés ont vu augmenter très fortement une des quatre grandeurs qualifiant les effets non-linéaires acoustiques. Les résultats différents, obtenus pour la fatigue en compression et pour la compression quasi-statique, pourraient être dus au fait que ces deux modalités de sollicitation mécanique ne génèrent pas la même forme et la même quantité d'endommagement. L'analyse histologique en microscopie à épifluorescence, qui n'a pas pu être réalisée pendant la durée de la thèse, permettra d'objectiver la quantité et le type d'endommagement effectivement créés. Les premières observations histologiques indiquent néanmoins que l'échantillon Z qui a montré les non-linéarités élastiques les plus fortes après l'endommagement par fatigue est aussi celui qui présente le plus de fissures.

Toutefois, la configuration expérimentale développée dans ce travail permet des mesures sur des échantillons dont la dimension sondée doit être relativement réduite, typiquement inférieure à 5 cm. D'autre part, l'amplitude maximale de l'onde acoustique basse-fréquence vaut 60 kPa dans la zone d'interaction des deux faisceaux acoustiques. Pour des fréquences de l'ordre de quelques kHz, la cavitation acoustique empêche la génération d'une onde acoustique d'amplitude supérieure à la pression atmosphérique, soit 100 kPa. Le procédé expérimental rencontre donc ses limites lorsque l'échantillon sondé est beaucoup plus dense et rigide que l'eau. Dans le cas d'un échantillon non-endommagé (cas de la silice présenté dans le chapitre 3, mais aussi de l'acier ou de l'aluminium), la mesure du paramètre non-linéaire élastique  $\beta$  devient imprécise car les effets sont très faibles. En effet, pour une amplitude de l'onde pompe égale à 60 kPa, l'effet acousto-élastique généré dans ces solides est inférieur d'un ordre de grandeur à celui induit dans l'eau et à peine supérieur au niveau de bruit de la chaîne de mesure.

En conclusion, cette technique de mesure des non-linéarités acoustiques élastiques et dissipatives, localisée et sans contact, offrirait un moyen non-invasif de quantifier, voire qualifier, le niveau d'endommagement du tissu osseux *in vivo*. Dans le but de fournir une évaluation acoustique multiparamétrique linéaire et non-linéaire du tissu osseux trabéculaire, une adaptation relativement simple de la configuration expérimentale présentée dans ce travail pourrait être envisagée sur un dispositif existant de caractérisation ultrasonore linéaire en transmission transverse.

## **Annexes : publications**

# Non-linear acoustic measurements to assess crack density in trabecular bone

Guillaume Renaud\*, Samuel Callé, Jean-Pierre Remenieras, Marielle Defontaine

*Laboratoire UltraSons Signaux et Instrumentation, CNRS FRE 2448, Université François Rabelais, 10 Boulevard Tonnelle, 37032 Tours cedex 1, France*

Received 25 May 2007; received in revised form 12 October 2007; accepted 18 December 2007

## Abstract

Three methods to measure qualitative and quantitative aspects of bone non-linearity were investigated in the context of diagnosis of bone “biomechanical health”: i.e. harmonic generation, parametric emission and parametric reception using phase modulation. Trabecular bone exhibited hysteretic non-linear behavior due to microcracks in bone tissue, and parametric reception using phase modulation seemed to be the best configuration for *in vivo* application. However, the relationship between level of non-linearity and crack density needs to be validated by histological analysis.

© 2007 Elsevier Ltd. All rights reserved.

PACS: 43.25.Ba; 43.25.Zx; 43.80.Qf

**Keywords:** Acoustic waves interactions; Harmonic generation; Non-linear elasticity; Microdamage; Bone

## 1. Introduction

It is possible in the skeleton to distinguish between cortical bone with low porosity (less than 30%) and trabecular bone with high porosity (more than 70%). As most bone fractures in the elderly occur in trabecular bone, this study focused on this type of bone, particularly the heel bone. Trabecular bone is a spongy bi-phasic material with connected porosity. Its solid phase consists of a connected network of bone tissue rods known as trabeculae. Porous spaces are filled with marrow (mostly fat). The clinical diagnosis of bone fragility is currently performed using X-ray measurements which provide imaging of bone mineral density. This quantitative assessment, similar to porosity measurement, accounts for 60–70% of variation in bone strength [1]. However measuring the amount of material in a porous structure is not enough to evaluate its strength. It also depends on the spatial arrangement of the material and on the mechanical characteristics of the bone tissue. Furthermore, it is well known that cracks typically of tens to hundreds of  $\mu\text{m}$  in size are generated in bone tissue by daily loading. Fig. 1 shows different types of common bone microdamage. In healthy bone,

damage is repaired by continuous bone remodeling. When an imbalance in this process occurs, cracks can accumulate.

Crack surface density, measured by histological analysis using staining techniques [2], and the associated standard deviation increase with age [3–5]. Whereas crack surface density is below 1 crack per  $\text{mm}^2$  in young healthy people, it can reach values above 10 cracks per  $\text{mm}^2$  in elderly people. Whether the increase in crack density is a cause or a consequence of the decrease in the bone toughness properties with age is still not resolved [6–8].

Linear ultrasound imaging techniques have been developed to image trabecular bone velocity and attenuation [9]. These techniques are nonetheless almost insensitive to progressive induced damage [10]. On the other hand, it is now well established that inhomogeneous materials, with soft mesoscopic flaws embedded in a rigid matrix, exhibit strong non-linear quasi-static and dynamic behavior known as non-classical or hysteretic non-linearity [11–13]. Non-destructive evaluation techniques are being developed to detect localized damage in materials [14–16]. Nevertheless very few studies have been performed on the relationship between crack density and level of non-linearity [14,17–19].

Moreover, very few studies have been undertaken on bone non-linearity. The classical non-linear quadratic parameter  $\beta$

\* Corresponding author.

E-mail address: [guillaume.renaud28@etu.univ-tours.fr](mailto:guillaume.renaud28@etu.univ-tours.fr) (G. Renaud).

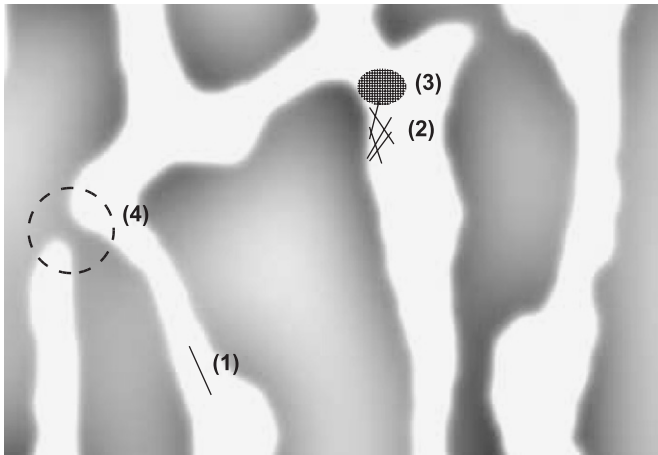


Fig. 1. Four types of damage in trabecular bone (gray areas represent marrow and white areas represent bone tissue): (1) isolated crack, (2) cross-hatched cracks, (3) diffuse damage and (4) broken trabeculae. The field of view is about 1.5 mm wide.

(defined as  $\rho_0 c_0 (\partial c / \partial p)$ , where  $\rho_0$  is the density of the medium and  $p$  the acoustic pressure) was found to range between 80 and 120 in bovine trabecular bone [20], whereas  $\beta$  does not exceed 7.5 (PMMA) in homogeneous material [21]. Hysteretic non-linearity has been clearly observed in bovine and human cortical bone using non-linear resonance ultrasound spectroscopy [22,23]. One interesting point is that the non-linear hysteretic parameter  $\alpha$ , related to the resonance frequency downshift, increases overall with age as well as its dispersion. This trend is similar to the increase in crack density with aging in trabecular [3] and cortical bone [24]. Crack density is probably a mirror of the “biomechanical health” of bone tissue and the increased dispersion with age probably reveals disparities in nutrition, physical activity and diseases. Several features have been identified to improve understanding of the relationship between the level of non-linearity and crack density. These include the effects of preferential orientation of cracks and the relative non-linear contributions of different types of damage in bone.

We propose three different modalities to measure trabecular bone non-linearity in this context in order to image crack density in future studies. Such non-invasive methods would be valuable for *in vitro* biomechanical studies, to understand how microcracks impact on the biomechanical properties of bone and for *in vivo* monitoring of crack accumulation (to date only possible by biopsy).

The following sections comprise a brief technical presentation and experimental results obtained from harmonic generation, parametric emission and parametric reception using phase modulation.

## 2. Method 1: harmonic generation

One way to investigate the non-linearity exhibited by a material consists of increasing monofrequency excitation and observing the dependence of harmonic amplitudes on the fundamental amplitude. According to theory, in the case of weak non-linear effects classical non-linear materials have  $n$ th

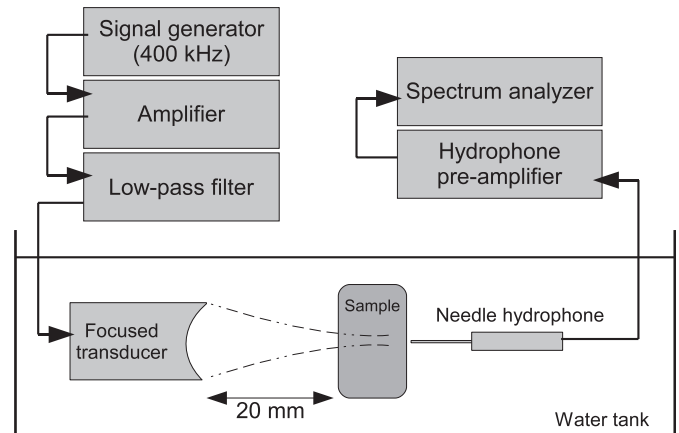


Fig. 2. Experimental configuration for harmonic generation.

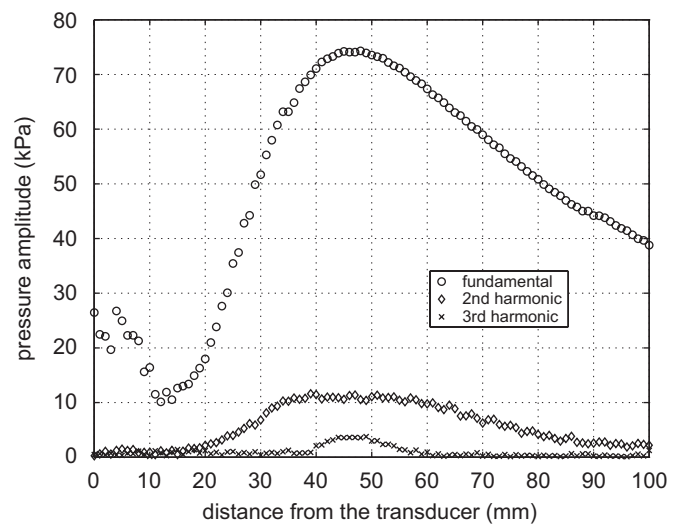


Fig. 3. Measurements of the pressure amplitude on the axis of the focused transducer in water. Amplitudes of 2nd and 3rd harmonics are multiplied by 10 for better readability.

harmonic amplitude increasing with power  $n$  of the fundamental amplitude. Typical manifestation of microcracks in damaged solids is the dominance of odd harmonics and their almost quadratic dependence on pump amplitude [25].

### 2.1. Experimental method

Fig. 2 describes the experimental set-up. We used a focused transducer to generate a monofrequency wave at 400 kHz in a water tank. The width of the focused beam at  $-6$  dB was less than 1 cm. The amplitude of the transducer excitation was increased from 30 to 160 V peak-peak. The fundamental and harmonic pressures were measured by a needle hydrophone placed at 45 mm along the axis of the transducer, where the fundamental, second and third harmonics reach their maximum levels in water (Fig. 3). The experiment was first performed in water without any sample. Marrow was then removed from the bone sample and the experiment was conducted with a slice of defatted heel bone (24 mm thickness) and a slice of porous

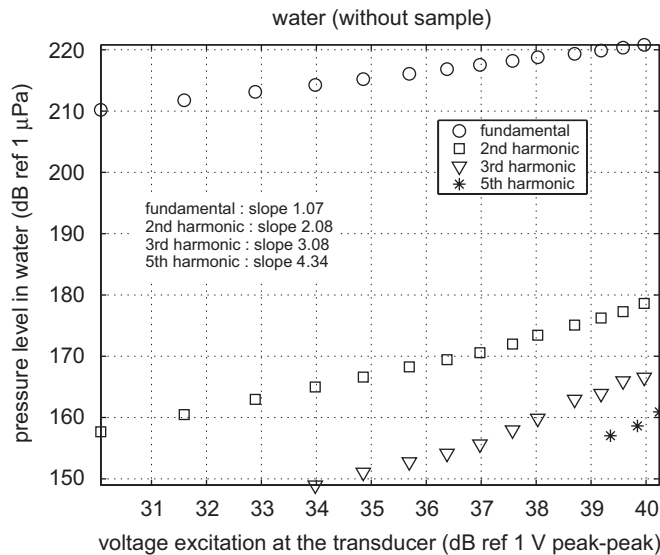


Fig. 4. Pressure levels measured in water at 45 mm for different levels of excitation.

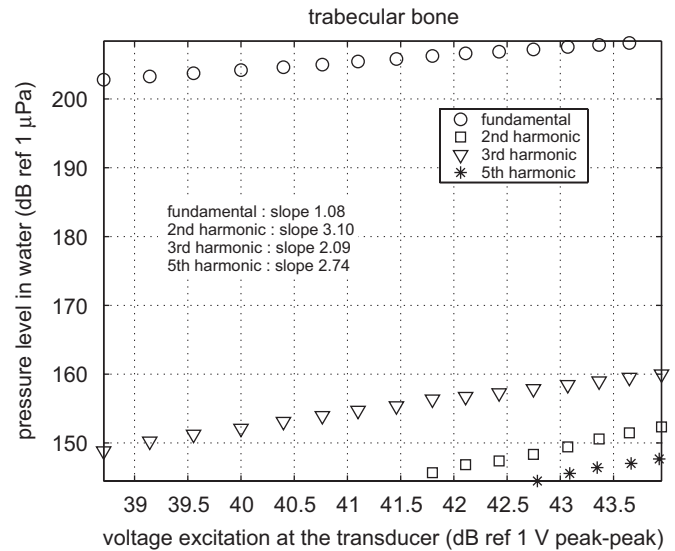


Fig. 5. Pressure levels measured in water at 45 mm behind the trabecular bone sample for different levels of excitation.

ceramic (20 mm thickness) (see Table 1 for more information on the samples). The samples were placed about 20 mm from the transducer so that the generation of harmonics occurred only in the sample (Fig. 3). Because of the strong attenuation in both trabecular bone and porous ceramic, the resonance effects in the sample were expected to be very weak. Moreover, the reflection coefficient for acoustic pressure between trabecular bone (considered as an effective medium) and water is 0.1.

## 2.2. Results and interpretation

The pressures of the fundamental, second, third and fifth harmonics measured in water, through trabecular bone and through porous ceramic are plotted as functions of the transducer voltage excitation in Figs. 4–6, respectively.

The maximum fundamental acoustic pressure measured in water (without sample) was 112 kPa, thus the hypothesis of weak non-linear effects is valid. The results obtained in water clearly showed classical non-linear behaviors: second, third and fifth harmonics behaved with slopes 2.08, 3.08 and 4.34, close to the theoretical values of 2, 3 and 5, respectively. In contrast, trabecular bone and porous ceramic exhibited hysteretic non-linearity characteristics: amplitude of the third harmonic higher than that of the second harmonic (despite very high attenuation due to scattering above 800 kHz, see Table 1) and a power law close to 2, especially for the third and fifth harmonics. In trabecular bone the second harmonic amplitude increased with power 3 of the fundamental amplitude. This astonishing behavior was observed in damaged materials. Some studies have reported that progressively induced damage increases the power law relating the second harmonic with the fundamental amplitudes, whereas the overall level of the third harmonic was increased, without impacting on the power law [14].

The common velocity dispersion measured in trabecular bone is  $-26 \text{ m/s/MHz}$  in the frequency range 200–800 kHz [26].

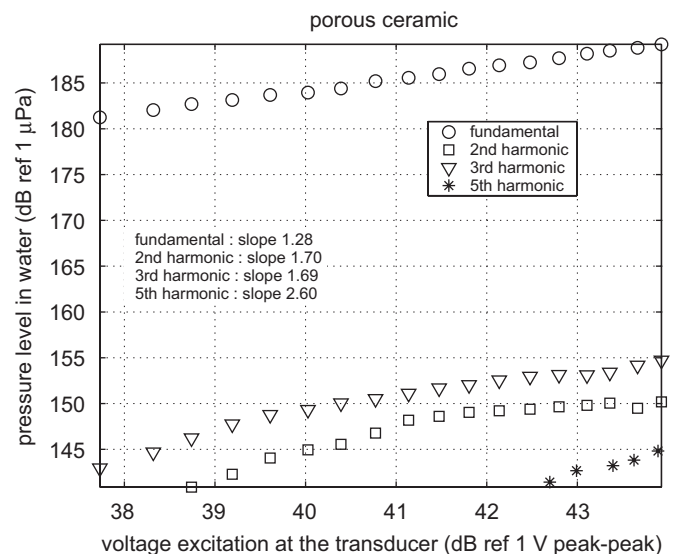


Fig. 6. Pressure levels measured in water at 45 mm behind the porous ceramic sample for different levels of excitation.

In view of the small thickness of the samples, dispersion effects may have little effect on harmonic generation.

Moreover harmonic distortion can be induced by the pressure-dependence of the flow resistivity above a certain acoustic velocity threshold. After a certain propagation distance, odd harmonics have higher amplitudes than even harmonics. For example, Kevlar with porosity of 96% exhibits that behavior when acoustic velocity exceeds 1 m/s [27]. In the present study, the acoustic velocity did not exceed 8 cm/s and the mean pore diameter was larger in trabecular bone (0.5–1 mm) than in Kevlar. We therefore assumed that this effect was negligible in our experiments.

### 3. Method 2: parametric emission

An alternative way to investigate non-linear characteristics of bone is parametric generation. We propose a method based on the combination of two focused primary beams emitted at two slightly different frequencies ( $f_1$  and  $f_2$ ) using an annular array [28]. These primary waves, focused in the bone, create an amplitude modulation giving rise to a low-frequency (LF) wave at  $f_{LF}$  (equivalent to the frequency difference of the two primary frequencies). An internal stress field results from this LF excitation, and the acoustic response of the object to this mechanical excitation is used to form the image. The LF acoustic field resulting from the vibration of the medium is detected by a sensitive hydrophone and then used to form the image.

Two main physical phenomena are responsible for this LF wave generation: the acoustic radiation force (due to reflection and attenuation) [28] and the non-linear interaction [29]. The overall low frequency field  $q_{LF}$  can be expressed as  $q_{LF} = q_{rad} + q_{NL}$ , where  $q_{rad}$  represents the LF pressure originating from the radiation force and  $q_{NL}$  represents the contribution of the LF non-linear interaction (parametric generation).

#### 3.1. Experimental configuration

In a previous study [30] we reported that the choice of the focused annular array depends on several parameters (e.g. the curvature of the annular array, the frequency downshift ratio  $f_1/f_{LF}$  and the number of rings). Finally, a 1 MHz array with four rings and a focusing gain ( $G$ ) of 16.14 per element was an acceptable compromise between sensitivity and resolution for parametric generation [29]. The two odd rings emit at  $f_1$  and the two even rings emit at  $f_2$ . The focal distance and the probe diameter were 6 and 8.32 cm, respectively. In this configuration, the LF field resolution at the focus is in the same range as the primary field resolutions [31]. The LF resolution (1 mm) corresponds to the lateral resolution of our system, which is promising for image construction. Fig. 7 presents the experimental set-up: the bone slice faces the transducer, and the LF hydrophone linked to the transducer is beside the object.

#### 3.2. In vitro heel bone imaging

Due to both the overall resonance frequencies and the local bone properties, the LF pressure amplitude does not vary simply according to the choice of  $f_{LF}$  [31]. The optimal frequency of 76 kHz was therefore chosen for the later heel bone images. Fig. 8 represents the image of the LF pressure amplitude in the medium plane of a 19 mm thick human heel bone slice (Fig. 9). The spatial resolutions related to displacement steps were 300  $\mu\text{m}$  in both directions. The central frequency was 800 kHz to minimize attenuation effects in the bone. The image clearly shows the trabeculae framework. The cortical outlines of the heel are also clearly demonstrated. Moreover, we can see that the white areas of the image (large parametric amplitude) at the bottom of the heel bone correspond to the region in contact with the ground, which undergoes daily loading. Such areas could contain many microcracks.

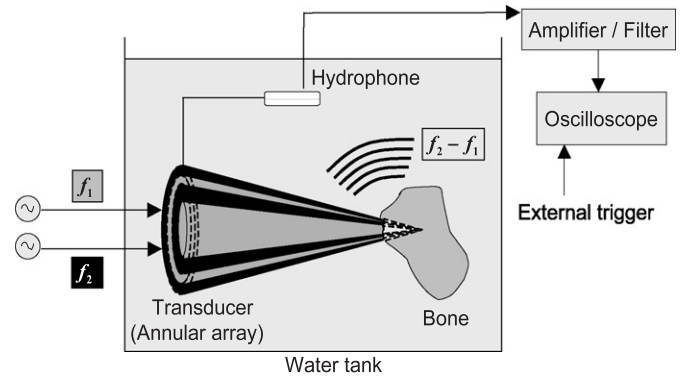


Fig. 7. Experimental set-up of the parametric emission method.

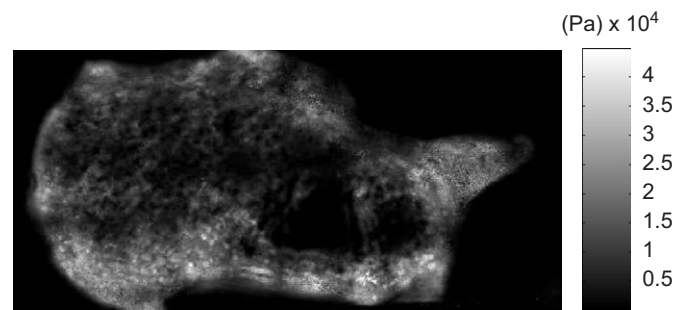


Fig. 8. Amplitude of the parametric LF wave received by the hydrophone.

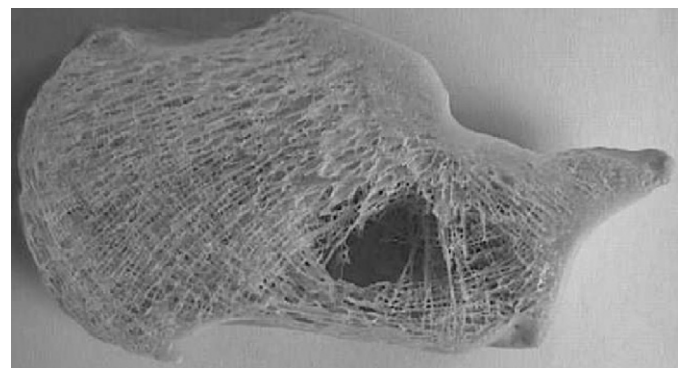


Fig. 9. Photograph of the human heel bone slice.

#### 3.3. Interpretation and discussion

The radiation force resulting from the combined primary fields at frequencies  $f_1$  and  $f_2$  is one source of LF stress in the object [28]. However, we have already reported that a LF field is created by the non-linear interference of the two primary beams inside the propagating medium [29]. This field, directly related to the coefficient of non-linearity  $\beta$ , may then propagate, scatter and be reflected on the LF contrast sources of the object and thus provide a measurable radiating field. In the above study the LF acoustic response of tissue varied with tissue type and with the choice of the difference frequency, indicating that this is potentially a valuable tool for bone investigation. The main



advantages of this method compared to other ultrasound bone imaging methods are (i) the non-transmission mode, which for instance allows *in vivo* imaging of the neck of femur and (ii) its high lateral resolution. Moreover, we reported that the creation of this internal force in our conditions depended on the attenuation and impedance (radiation force term) and the non-linear coefficient (non-linear interference term). In practice, the contribution of the preponderant phenomenon (radiation force or NL interaction) has not been clearly established, since it strongly depends on the type of tissue being studied and is particularly difficult to estimate in bone. Thus, although the LF signal is partly linked to the coefficient of non-linearity  $\beta$  and hence is larger for bone regions affected by microcracks, this technique does not exclusively provide information about microdamage.

#### 4. Method 3: parametric reception using phase modulation

The third modality proposed to measure non-linearity in trabecular bone is parametric reception using a phase modulation method.

##### 4.1. Experimental method

In this method a low-frequency wave ( $f_{LF} = 150$  Hz) and a high-frequency wave ( $f_{HF} = 800$  kHz) are transmitted in the medium in perpendicular directions and cross in the sample immersed in water (Fig. 10). The LF wave is generated by an 8 cm diameter circular piston fixed to a shaker while the HF wave is emitted by a plane transducer. Non-linear interactions in the water and in the sample generate two parametric waves at the sum and difference of the two primary frequencies  $f_{LF}$  and  $f_{HF}$ . If those parametric frequencies belong to the bandwidth of the HF receiver, this can be interpreted as a modulation of the HF wave phase. The propagation velocity of the HF wave in the medium is modulated by the LF wave due to non-linearity.

Because of the high primary frequency ratio  $f_{HF}/f_{LF}$ , and if the interaction distance is much less than the LF wavelength, the LF acoustic disturbance appears to be quasi-static for the HF wave. Considering two plane waves interacting along the distance  $L$  in a homogeneous medium, the phase modulation is

given by integration of the wave number along the interaction distance:

$$\phi(t) = \frac{2\pi f_{HF} L \beta}{c^2} v_{LF}(t),$$

where  $c$ ,  $\beta$  and  $v_{LF}$  are the propagation velocity, the classical quadratic non-linear parameter and the LF acoustic velocity, respectively.  $\beta$  is defined as  $(\rho_0/2)(\partial c^2/\partial p)_0$ , where  $\rho_0$  is the density of the medium and  $p$  the acoustic pressure. Thus, according to classical non-linear theory, the phase modulation has the same temporal form as the LF acoustic velocity.

If we insert a sample (as presented in Fig. 10) of different density, velocity and non-linear parameter in a water tank, the phase modulation is now expressed by

$$\phi(t) = \frac{2\pi f_{HF}(L - L_{\text{sample}})\beta_{\text{water}}}{c_{\text{water}}^2} v_{LF \text{ water}}(t) + \frac{2\pi f_{HF} L_{\text{sample}} \beta_{\text{sample}}}{c_{\text{sample}}^2} T_{\text{water-sample}} v_{LF \text{ water}}(t),$$

where  $T_{\text{water-sample}}$  is the transmission coefficient for acoustic velocity given by

$$T_{\text{water-sample}} = \frac{2Z_{\text{water}}}{Z_{\text{water}} + Z_{\text{sample}}},$$

where  $Z_{\text{water}}$  and  $Z_{\text{sample}}$  are the acoustic impedance of water and the sample, respectively. The experiment consisted of measuring the increase in phase modulation as a function of the LF wave amplitude. Repeating the protocol in water (without sample) and with a sample provided the ratio  $\beta_{\text{sample}}/\beta_{\text{water}}$ . Because the LF pressure amplitude is proportional to the inverse of the distance from the piston, the sample was placed as close as possible to the piston and the HF beam axis was thus 2.5 cm below the piston. The maximum LF pressure amplitude measured in water, corresponding to a 300 mV peak–peak excitation of the transducer, was 2000 Pa in the cross-section of the LF and HF beams. The pressure under the LF piston was nearly uniform at 2.5 cm under the piston, except near the edges. The HF wave was received by a plane transducer after propagation through the sample. The phase modulation amplitude was obtained by numerical analysis. The signal was band-pass filtered around 800 kHz to suppress noise, then the phase of the received signal was calculated by Hilbert transform and phase unwrapping. Finally, the slope of  $\omega t$  was subtracted and the modulation contribution remained. The mean amplitude of the phase modulation was calculated using fast Fourier transform analysis. The phase noise level was below 0.5 mrad.

##### 4.2. Results

By performing the experiment in water, i.e. without a sample, and with a sample placed in the cross-section of the two beams, it is possible to evaluate the non-linear parameter of the sample. The phase modulation amplitude is reported as a function of the LF wave amplitude in Fig. 11. We found  $\beta = 14$  for Plexiglas (PMMA), whereas the usual value is 7.5. This overestimation was probably due to reflections inside the Plexiglas

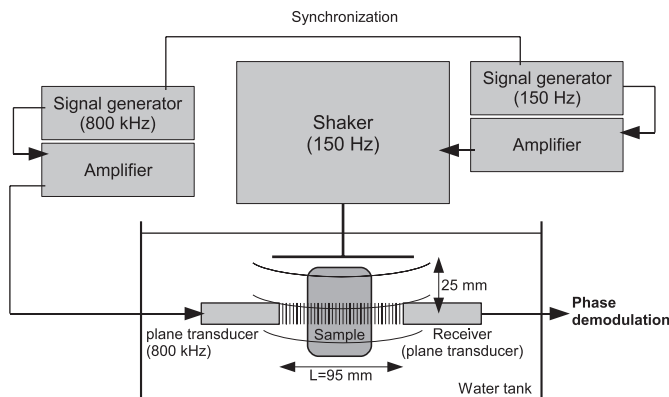


Fig. 10. Experimental configuration for parametric reception.

sample. Attenuation was weak (Table 1) and the reflection coefficient for acoustic velocity was 0.38. Cumulative effects can occur and enhance the phase modulation. These effects may be negligible in trabecular bone and porous ceramic because of strong attenuation. Considering the bone and ceramic samples as effective media, we found  $\beta$  values of 36 and 3400, respectively.

As the non-linear effects happened mainly in the solid phase, the corresponding  $\beta$  had to be estimated using the solid phase properties instead of the effective media properties ( $T_{\text{water-sample}}$ ,  $c_{\text{sample}}$  and  $L_{\text{sample}}$ ) (see Table 1). We then obtained  $\beta$  values of 440 and 24 000 for trabecular bone and porous ceramic, respectively. Porous ceramic exhibited a much higher non-linear parameter than trabecular bone. Bone tissue comprises 70% calcium hydroxyapatite crystals and 30% organic collagen fibers (in volume), whereas porous ceramic comprises only industrially made calcium hydroxyapatite crystals. This material used in surgery may not contain micro-cracks. It is composed of juxtaposed grains (like rocks) of typical size in the order of 1  $\mu\text{m}$ . For higher LF wave amplitudes

(above 2000 Pa) phase modulation increased with different non-linear behaviors that require further investigation.

## 5. Discussion and conclusion

The aim of this preliminary study was to define the best method(s) to measure and scan trabecular bone acoustic non-linearity. The measurement of second and third harmonic amplitudes as functions of the fundamental amplitude provided valuable information and the second harmonic slope and the level of third harmonic may provide qualitative and/or quantitative information about microdamage. The fundamental frequency must not exceed 400 kHz to limit attenuation and velocity dispersion. Nevertheless, this technique needs fairly large fundamental amplitudes, especially for *in vivo* application. Soft tissue and the dense cortical shell of the heel bone (which was removed in this study) add an attenuation of 10–15 dB before the wave reaches the trabecular bone area, meaning that 3–6 times more than the 112 kPa used in the present study is necessary. To avoid biological thermal effects, the acoustic pressure amplitude must not exceed 0.5–1 MPa for a long 400 kHz burst (tens of milliseconds), although the threshold was in fact not clearly established. Moreover, harmonics are also attenuated by 10–15 dB when propagating through the cortical shell and soft tissue, i.e. from trabecular bone to water surrounding the heel. This means that the fundamental pressure amplitude required (in water before propagating in the heel) would be around 1 MPa. Although this configuration is not appropriate for *in vivo* application, it is a simple experimental set-up for *in vitro* studies.

The parametric generation configuration presented the same drawback. Resonance effects can be used to enhance the level of the parametric wave (as in the present parametric emission experiment). Nonetheless, evaluation of the gain due to resonance for each point is necessary to interpret two different values measured in two regions of the bone. Perhaps an *ad hoc* parametric frequency should be chosen for each point of the scan. The maximum variation in ultrasound velocity measured in a heel bone is approximately 300 m/s (typical velocities are in the range 1700–2000 m/s). However, we previously reported that in whole heel bone the surrounding cortical surfaces

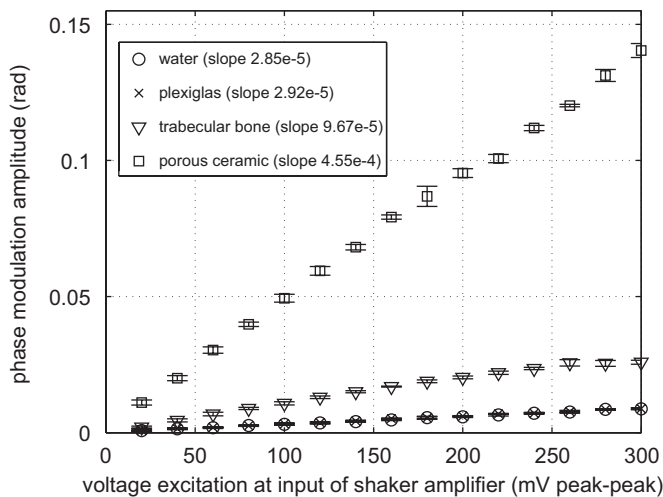


Fig. 11. Results for phase modulation obtained for water (without sample), Plexiglas, trabecular bone and porous ceramic. The noise level was measured around 1 mrad.

Table 1  
Characteristics of samples and experimental results

	Water	Plexiglas	Trabecular bone	Porous ceramic
Porosity (%)			90	75
Solid phase density ( $\text{kg/m}^3$ )	1000	1180	1900	3100
Solid phase velocity (m/s)	1480	2700	3000	5500
Effective density ( $\text{kg/m}^3$ )			1090	1525
Effective velocity (m/s)			1650	4000
$\beta$ (effective medium)	2.5	14	36	3400
Thickness (mm)		24	24	20
$\beta$ (solid phase only)			440	24 000
Thickness of solid phase = thickness $\times$ porosity <sup>1/3</sup> (mm)			11	13
Sample attenuation, 400 kHz (dB/cm)	0.0003	2	7	18
Sample attenuation, 800 kHz (dB/cm)	0.0013	3	20	36
Sample attenuation, 1.2 MHz (dB/cm)	0.003	5	30	50

directly influence propagation of the primary wave and provide an image that is more related to relief than to the internal structures [31]. Several effects related to reflection and attenuation on complicated bone shape make the images smoother and more difficult to interpret. However, it is currently difficult to prevent these effects.

In contrast to the other two methods, parametric reception using the phase modulation method does not need a high level of energy. Measurement of the phase modulation at a given LF pressure showed a small standard deviation, but the accuracy and reproducibility of the parametric reception method require evaluation. Moreover, the non-linear behaviors of the increase in the phase modulation need to be investigated for higher LF pressures. Measurement of the second-order phase modulation induced by parametric frequencies  $f_{HF} \pm 2f_{LF}$  must also be studied. The amplitude of the second-order phase modulation is proportional to the hysteretic non-linear parameter  $\alpha$  [25] and may provide different information on bone microdamage. Impact can be used instead of a LF wave and this was tested for non-destructive evaluation applications [14]. Further study is also needed to establish which of the two methods is the most accurate. Parametric reception using phase modulation is thus the best configuration to measure *in vivo* bone acoustic non-linearity in order to assess crack density. Phase modulation will be measured using focused rather than plane HF transducers to study spatial variations. The relationship between levels of acoustic non-linearity and crack density needs to be validated by histological analysis.

## References

- [1] P. Ammann, R. Rizzoli, Bone strength and its determinants, *Osteoporos. Int.* 14 (3) (2003) 13–18.
- [2] D.B. Burr, T. Stafford, Validity of the bulk-staining technique to separate artifactual from *in vivo* bone microdamage, *Clin. Orthoped. Relat. Res.* 260 (1990) 305–308.
- [3] N.L. Fazzalari, J.S. Kuliwaba, M.R. Forwood, Cancellous bone microdamage in the proximal femur: influence of age and osteoarthritis on damage morphology and regional distribution, *Bone* 31 (6) (2002) 697–702.
- [4] S. Mori, R. Harruff, W. Ambrosius, D.B. Burr, Trabecular bone volume and microdamage accumulation in the femoral heads of women with and without femoral neck fractures, *Bone* 21 (6) (1997) 521–526.
- [5] P. Zioupos, Ageing human bone: factors affecting its biomechanical properties and the role of collagen, *J. Biomater. Appl.* 15 (3) (2001) 187–229.
- [6] D.B. Burr, M.R. Forwood, D.P. Fyhrie, R.B. Martin, M.B. Schaffler, C.H. Turner, Bone microdamage and skeletal fragility in osteoporotic and stress fractures, *J. Bone Miner. Res.* 12 (1) (1997) 6–15.
- [7] O.S. Sobelman, J.C. Gibeling, S.M. Stover, S.J. Hazelwood, O.C. Yeh, D.R. Shelton, R.B. Martin, Do microcracks decrease or increase fatigue resistance in cortical bone?, *J. Biomech.* 37 (9) (2004) 1295–1303.
- [8] P. Zioupos, Accumulation of *in vivo* fatigue microdamage and its relation to biomechanical properties in ageing human cortical bone, *J. Microsc.* 201 (2) (2001) 270–278.
- [9] M.A. Gomez, M. Defontaine, B. Giraudeau, E. Camus, L. Colin, P. Laugier, F. Patat, *In vivo* performance of a matrix-based quantitative ultrasound imaging device dedicated to calcaneus investigation, *Ultrasound Med. Biol.* 28 (10) (2002) 1285–1293.
- [10] P.H. Nicholson, M.L. Bouxsein, Quantitative ultrasound does not reflect mechanically induced damage in human cancellous bone, *J. Bone Miner. Res.* 15 (12) (2000) 2467–2472.
- [11] R.A. Guyer, P.A. Johnson, Nonlinear mesoscopic elasticity: evidence for a new class of materials, *Phys. Today* 52 (1999) 30–35.
- [12] R.A. Guyer, K.R. McCall, G.N. Boitnott, Hysteresis, discrete memory and nonlinear wave propagation in rock: a new paradigm, *Phys. Rev. Lett.* 74 (1995) 3491–3494.
- [13] L. Ostrovsky, P.A. Johnson, Dynamic nonlinear elasticity in geomaterials, *Riv. Nuovo Cimento* 24 (2001) 1–46.
- [14] K.E.A. Van Den Abeele, A. Sutin, J. Carmeliet, P.A. Johnson, Microdamage diagnostics using nonlinear elastic wave spectroscopy (NEWS), *NDT & E Int.* 34 (4) (2001) 239–248.
- [15] K.E.A. Van Den Abeele, J. Carmeliet, J. Ten Cate, P.A. Johnson, Nonlinear elastic wave spectroscopy (NEWS) techniques to discern material damage, Part II: single-mode nonlinear resonance acoustic spectroscopy, *Res. Nondestr. Eval.* 12 (1) (2000) 31–42.
- [16] V. Zaitsev, V. Nazarov, V. Gusev, B. Castagnede, Novel nonlinear-modulation acoustic technique for crack detection, *NDT & E Int.* 39 (2006) 184–194.
- [17] R.J. O'Connell, B. Budiansky, Seismic velocities in dry and saturated cracked solids, *J. Geophys. Res.* 79 (1974) 5412–5426.
- [18] Y. Hamiel, O. Katz, V. Lyakhovsky, Z. Reches, Y. Fialko, Stable and unstable damage evolution in rocks with implications to fracturing of granite, *Geophys. J. Int.* 167 (2006) 1005–1016.
- [19] V.E. Nazarov, A.M. Sutin, Nonlinear elastic constants of solids with cracks, *J. Acoust. Soc. Am.* 102 (1997) 3349–3354.
- [20] D.M. Donskoy, A. Sutin, Nonlinear acoustic parameter of trabecular bone, *J. Acoust. Soc. Am.* 102 (1997) 3155.
- [21] D.L. Johnson, S. Kostek, A.N. Norris, Nonlinear tube waves, *J. Acoust. Soc. Am.* 96 (1994) 1829–1843.
- [22] M. Muller, Mise au point d'une technique ultrasonore d'acoustique non linéaire pour l'étude de l'endommagement osseux (Development of a nonlinear ultrasound technique to assess bone damage), Ph.D. University, Paris VIII, 2006.
- [23] M. Muller, A. Sutin, R. Guyer, M. Talmant, P. Laugier, P.A. Johnson, Nonlinear resonant ultrasound spectroscopy (NRUS) applied to damage assessment in bone, *J. Acoust. Soc. Am.* 118 (6) (2005) 3946–3952.
- [24] M.B. Schaffler, K. Choi, C. Milgrom, Aging and matrix microdamage accumulation in human compact bone, *Bone* 17 (6) (1995) 521–525.
- [25] K.E.A. Van Den Abeele, P.A. Johnson, A. Sutin, Nonlinear elastic wave spectroscopy (NEWS) techniques to discern material damage, Part I: nonlinear wave modulation spectroscopy (NWMS), *Res. Nondestr. Eval.* 12 (2000) 17–30.
- [26] K.A. Wear, Measurements of phase velocity and group velocity in human calcaneus, *Ultrasound Med. Biol.* 26 (4) (2000) 641–646.
- [27] D.A. Nelson, D.T. Blackstock, Harmonic generation, propagation and attenuation for finite-amplitude tones in an air-filled porous material, in: *Frontiers of Nonlinear Acoustics: Proceedings of the 12th ISNA*, 1990.
- [28] M. Fatemi, J.F. Greenleaf, Ultrasound-stimulated vibro-acoustic spectrography, *Science* 280 (1998) 82–85.
- [29] S. Callé, J.P. Remenieras, O. Bou Matar, F. Patat, Presence of nonlinear interference effects as a source of low frequency excitation force in vibro-acoustography, *Ultrasonics* 40 (2002) 873–878.
- [30] J.P. Remenieras, O. Bou Matar, F. Ossant, F. Patat, A simple calculation approach for the parametric sound field generated by a focused annular array. Application to vibro-acoustography, in: Halliwell, P. Wells (Eds.), *Acoustical Imaging*, vol. 25, Kluwer Academic Publishers, Plenum Publishers, Dordrecht, New York, 2000, pp. 145–150.
- [31] S. Callé, J.P. Remenieras, O. Bou Matar, M. Defontaine, F. Patat, Application of nonlinear phenomena induced by focused ultrasound to bone imaging, *Ultrasound Med. Biol.* 29 (2003) 465–472.

# Exploration of Trabecular Bone Nonlinear Elasticity Using Time-of-Flight Modulation

Guillaume Renaud, Samuel Callé, Jean-Pierre Remenieras, and Marielle Defontaine

**Abstract**—Bone tissue contains microcracks that may affect its mechanical properties as well as the whole trabecular structure. The relationship between crack density and bone strength is nevertheless poorly understood. Linear ultrasound techniques being almost insensitive to the level of damage, we propose a method to measure acoustic nonlinearity in trabecular bone using time-of-flight modulation (TOFM) measurements. Ultrasonic short bursts times-of-flight (TOF) are modulated as a result of nonlinear interaction with a low-frequency (LF) wave in the medium. TOF variations are directly related to elastic modulus variations. Classical and nonclassical nonlinear parameters  $\beta$ ,  $\delta$ , and  $\alpha$  can be derived from these measurements. The method was validated in materials with classical, quadratic, nonlinear elasticity. In dense trabecular bone region, TOFM related to classical, quadratic, nonlinear elasticity as a function of the LF pressure exhibits tension-compression asymmetry. The TOFM amplitude measured in dense areas of trabecular bone is almost one order of magnitude higher than in a low-density area, but the linear parameters show much smaller variations: 5% for ultrasound propagation velocity and 100% for broadband ultrasonic attenuation (BUA). In high-density trabecular bone regions,  $\beta$  depends on the LF pressure amplitude and can reach 400 at 50 kPa.

## I. INTRODUCTION

IN the skeleton, trabecular bone with high porosity (more than 70%) differentiates from cortical bone with low porosity (less than 30%), even if the solid phase properties are very close [1]. Most elderly bone fractures occur in trabecular bone, which is a spongy, bi-phasic material with connected porosity. Its solid phase consists of a connected network of bone tissue rods and plates named trabeculae, and porous spaces are filled up with marrow (mostly fat). To date, clinical diagnosis of bone fragility is performed using X-ray measurements that provide bone mineral density imaging. This quantitative assessment, close to porosity measurement, explains 60 to 70% of the variations of bone mechanical properties [2]. Measuring the apparent density of a highly porous structure is indeed not enough to evaluate its strength. It surely depends also on the solid phase spatial arrangement and on the mechanical characteristics of the solid phase itself. In particular, it is well-known that cracks with a typical size of tens to hundreds micrometers and an aspect ratio around 5 are generated in bone tissue by daily loadings [3]. Fig. 1 shows different types of common bone microdamage. In healthy bone,

damage is repaired by continuous bone remodeling. When an imbalance in this process occurs, cracks can accumulate. The crack surface density, measured by histological analysis using staining techniques, and its values dispersion increase with age in a population [4], [5]. Below 1 crack per millimeter squared for a young, healthy, population, crack surface density can reach values above 10 cracks per millimeter squared for elderly people. Whether the increase in the crack density is a cause or a consequence of the bone tissue aging is still a question [6], [7].

Linear ultrasound imaging techniques have been developed to assess trabecular bone ultrasound propagation velocity and broadband ultrasonic attenuation (BUA) [8]. Independently of their good accuracy, those techniques are almost insensitive to progressive-induced damage [9]. However, it is now well-known that inhomogeneous materials, with soft mesoscopic flaws embedded in a rigid matrix, exhibit strong, nonlinear, quasistatic and dynamic behaviors called nonclassical or hysteretic nonlinearity [10]. Efficient, nonlinear ultrasonic techniques have been developed to detect microdamage [11], [12]. However little work has been done on the relationship between crack density and level of elastic nonlinearity [12]–[16].

Very few studies have been conducted on bone acoustic nonlinearity. The classical, nonlinear parameter  $\beta$  (defined for fluids, i.e., half of the parameter defined for solids) was measured in vitro in the range 80–120 in bovine trabecular bone with marrow [17]. Hysteretic nonlinearity was clearly observed in bovine and human cortical bone using nonlinear resonant ultrasound spectroscopy [18], [19]. One interesting point is that the hysteretic, nonlinear parameter  $\alpha$ , related to the resonance frequency downshift, globally increases with age, as well as its values dispersion, similarly to crack density [19].

Finite-element models and biomechanical in vitro testings have shown that trabecular bone exhibits a nonlinear behavior at small strains, more important in tension than in compression [20], [21]. The authors concluded that the bone tissue itself may have a larger yield strain in compression than in tension [20]. These inelastic behaviors have been attributed to the presence of microcracks in the bone tissue [22], [23]. We propose in this paper a technique consisting in a low-frequency (LF) (several kilohertz) acoustical tension-compression testing. The induced propagation velocity variations of pulsed high-frequency (HF) waves (several hundreds kilohertz) are measured and provide information directly related to elastic modulus variations. In particular, this time-of-flight modulation (TOFM) method allows one to assess the classical, nonlinear parameter  $\beta$ .

Manuscript received June 20, 2007; accepted January 8, 2008.

The authors are with the University Francois Rabelais, Laboratoire Ultrasons Signaux et Instrumentation, Tours, France (e-mail: renaud\_gu@med.univ-tours.fr).

Digital Object Identifier 10.1109/TUFFC.2008.825

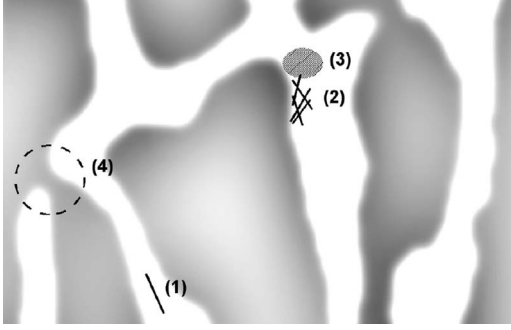


Fig. 1. Four types of damage in trabecular bone (grey is marrow and white is bone tissue): (1) isolated crack, (2) cross-hatched cracks, (3) diffuse damage, and (4) fracture of trabeculae. The field of view is about 1.5 mm wide.

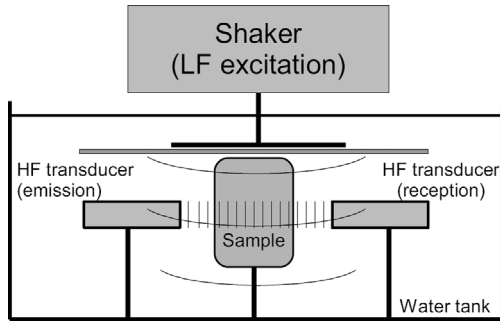


Fig. 2. Experimental configuration. Scale is not respected between the LF and the HF wavelengths on the schema.

In Section II, the TOFM method and the calculation of the nonlinear parameters are presented. The technique validation in water and classical nonlinear solids is developed in Section III. Section IV is devoted to measurements of the nonlinear parameters in trabecular bone using a spectral analysis. The ability of the method to provide a “nonlinear, biomechanical signature” using the instantaneous relation between the elastic modulus variations and the LF pressure is discussed in Section V. Section VI sets out the difference between the frequency-domain and the time-domain analysis and the difficulties in developing a model of the experiment.

## II. TIME-OF-FLIGHT MODULATION METHOD

### A. Experimental Setup

The method is inspired by the one proposed by Ichida *et al.* [24] using the interaction between a probing ultrasonic wave and a low-frequency wave propagating in perpendicular directions to image the classical, nonlinear parameter  $\beta$ . In the present study, a LF wave ( $f_{LF} = 2.8$  kHz) and a HF wave ( $f_{HF} = 500$  kHz–1 MHz) are transmitted in the medium in perpendicular directions and cross in the sample immersed in water (Fig. 2). The LF perturbation is a burst of 20 to 60 periods generated by a 10-cm diameter circular piston fixed to a shaker. Short bursts of 1 to

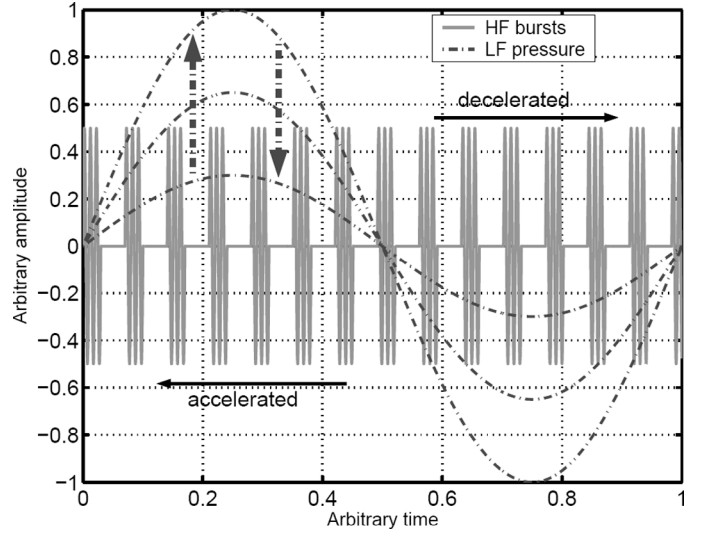


Fig. 3. Schema showing basically how HF bursts are successively accelerated and decelerated during a LF period at one point of the interaction area. Measurements are performed with increasing then decreasing LF pressure amplitudes.

5 HF periods are emitted and received by 13-mm diameter plane transducers with a repetition frequency of 40 kHz. The HF bursts propagation velocity is modulated by the nonlinear variations of the medium elasticity induced by the LF pressure variations (Fig. 3).

The large HF to LF ratio ( $> 200$ ) and the small sample size ( $< 6$  cm) compared to the LF wavelength in water (53 cm) allow one to assess the bone sample elastic modulus variations using the TOFM technique. During a HF burst propagation time through the sample, the LF pressure field acts like a uniaxial, quasistatic perturbation. The measurement is processed for different LF burst amplitudes: the LF pressure amplitude is first increased from 5 to 50 kPa then decreased from 50 to 5 kPa (Fig. 3).

TOFM is obtained by calculating the cross-correlation function between the first received HF burst and the following ones. A parabolic interpolation then is used to find the maximum of the cross-correlation function. It then is possible to measure the propagation velocity variations, and consequently the elastic modulus variations, with a sampling frequency of 40 kHz. Partial pressure derivatives of ultrasound propagation velocity lead first to a relation between propagation velocity and time-of-flight (TOF) variations, and second, using  $c = \sqrt{K/\rho}$ , to a relation between propagation velocity and elastic modulus variations (assuming that density variations are negligible compared to elastic modulus variations):

$$\begin{aligned} \frac{\partial c}{\partial p_{LF}} &= -\frac{c_0^2}{L} \frac{\partial \text{TOF}}{\partial p_{LF}} \text{ and} \\ \frac{\partial c}{\partial p_{LF}} &= \frac{1}{2\rho_0 c_0} \frac{\partial K}{\partial p_{LF}}, \end{aligned} \quad (1)$$

where  $c$ ,  $p_{LF}$ ,  $c_0$ ,  $L$ , TOF,  $\rho_0$ , and  $K$  are the propagation velocity, the LF pressure, the propagation velocity without LF perturbation, the HF transducers distance, the TOF,



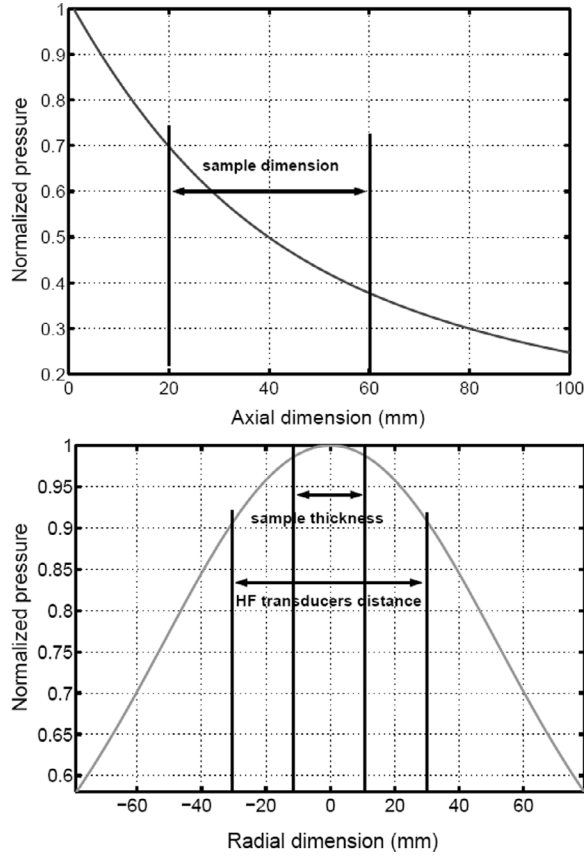


Fig. 4. Calculated axial pressure profile (top) and radial pressure profile (bottom) 40 mm from the LF circular piston (10 cm diameter) at 2.8 kHz.

the density, and the elastic modulus, respectively. Nonlinear effects are cumulative along the HF propagation path. The distance  $L$  is 6 cm and the distance between the LF piston and the HF propagation path is 4 cm. A thin plate of polymethyl methacrylate (PMMA) was placed between the LF piston and the interaction area to get rid of possible fluid movements generated by the LF piston edge (Fig. 2). The LF pressure is measured by a hydrophone placed below the LF piston, at the HF transducers level. The maximum LF pressure amplitude generated by the LF source is 50 kPa in the interaction area.

### B. LF Pressure Field

The LF pressure field generated by a piston with a 10-cm diameter in an infinite medium has been calculated using Rayleigh integral. Fig. 4 shows corresponding radial and axial profiles. These diffraction patterns also have been measured and are in agreement with the predicted results: at the bottom of the water tank (33-cm under the piston), the diffraction is so important that the pressure amplitude is only a few percent of the pressure amplitude generated 1 cm in front of the piston. Because the samples thickness is 24 mm, we can consider that the LF pressure field is almost uniform inside the sample in the radial dimension. However, the sample does not undergo the same pressure in the axial dimension because of a fast decrease of the

LF pressure amplitude. However, the HF beam diameter being close to the transducer diameter (13 mm) we hypothesize that the probed area of the sample is under uniform loading in the piston axial dimension, regards to the LF wavelength (53 cm).

### C. Calculation of the Classical, Quadratic, Nonlinear Parameter $\beta$ from TOFM Measurements

The classical, quadratic, nonlinear parameter  $\beta$  in the Taylor expansion of the equation of state is related to the propagation velocity changes by  $\beta_{\pi/2} = 2\rho_0 c_0 (\partial c / \partial p_{LF})$  [25], where the index  $\pi/2$  corresponds to the angle between the HF and the LF beams.

Using (1) and the definition of the nonlinear parameter  $\beta$ , the measured TOFM is related to  $\beta$ :

$$\begin{aligned} \text{TOFM}(t) &= \text{TOF} - \text{TOF}_{p_{LF}=0} \\ &= -\frac{\beta_{\pi/2} L_{\text{int}} D_{\pi/2}}{2\rho_0 c_0^3} p_{LF}(t), \end{aligned} \quad (2)$$

where  $L_{\text{int}}$  and  $D_{\pi/2}$  are the interaction length compensated by the radial LF pressure directivity and the nonlinear parametric directivity for perpendicular interaction (equal to 0.92 in our case), respectively.  $D_{\pi/2}$  is given by  $D_{\pi/2} = \text{sinc}(k_{LF} L/2)$  [26] and  $L_{\text{int}}$  by  $\int_0^L \text{Prof}_{LF}(x) dx$  where  $\text{Prof}_{LF}(x)$  is the normalized radial LF pressure profile (see Fig. 4).

The experiment is conducted with different LF burst amplitudes to improve the estimation of  $\beta$ . Furthermore, we avoid errors due to the weak LF hydrophone absolute precision (15% according to the manufacturer) by performing a reference measurement in water, without the sample being present. This allows us to eliminate the nonlinear contribution of the water from the global measured TOFM, and calculate the true nonlinearity coefficient of the sample. Indeed, the global measured TOFM can be expressed as follows:

$$\text{TOFM}_{\text{global}} = (\text{TOFM}_{\text{water}} + \text{TOFM}_{\text{sample}}) D_{\pi/2}$$

with:

$$\text{TOFM}_{\text{water}} = -\frac{\beta_{\text{water}}^{\text{litterature}} (L_{\text{int}} - L_{\text{sample}})}{2\rho_{\text{water}} c_{\text{water}}^3} p_{LF}(t),$$

and:

$$\text{TOFM}_{\text{sample}} = -\frac{\beta_{\text{sample}} L_{\text{sample}} T_{\text{water/sample}}}{2\rho_{\text{sample}} c_{\text{sample}}^3} p_{LF}(t),$$

where  $\beta_{\text{water}}^{\text{litterature}}$ ,  $\beta_{\text{sample}}$ ,  $L_{\text{sample}}$ ,  $T_{\text{water/sample}}$ ,  $\rho_{\text{sample}}$ , and  $c_{\text{sample}}$  are the value of the nonlinear parameter in water from literature (5 in our experimental conditions), the nonlinear parameter of the sample, the sample thickness along the HF propagation path, the transmission coefficient for the particle velocity between water and the sample, the sample density, and the propagation velocity in

the sample, respectively.  $T_{\text{water/sample}}$  is calculated using the acoustic impedances. Trabecular bone impedance is obtained from the effective density and propagation velocity. Typical values of  $T_{\text{water/bone}}$  are between 0.8 and 0.9, depending on the porosity. Assessment of propagation velocity in bone is performed using a substitution technique: TOF without and with the sample is measured in the time domain using the onset of the transmitted pulse. Trabecular bone attenuation is neglected at 2.8 kHz. Following these expressions, the nonlinearity coefficient  $\beta_{\text{sample}}$  is given by:

$$\beta_{\text{sample}} = \beta_{\text{water}}^{\text{litterature}} \frac{L_{\text{int}} \rho_{\text{sample}} c_{\text{sample}}^3}{L_{\text{sample}} \rho_{\text{water}} c_{\text{water}}^3 T_{\text{water/sample}}} \times \left( \frac{\left. \frac{\partial \text{TOFM}}{\partial p_{\text{LF}}} \right|_{\text{global}}}{\left. \frac{\partial \text{TOFM}}{\partial p_{\text{LF}}} \right|_{\text{no sample}}} - \frac{L_{\text{int}} - L_{\text{sample}}}{L_{\text{int}}} \right). \quad (3)$$

The average LF pressure amplitude and TOFM amplitude are calculated by performing the fast Fourier transform in the window of analysis, when the LF sinusoidal amplitude is well-established (see Section III).

The calculation of  $\beta_{\text{sample}}$  requires an accurate estimation of the effective propagation velocity and apparent density in the investigated bone region. Bone propagation velocity has been assessed with 1% precision, and the apparent density was not measured but derived from porosity data [27] with 3% precision.

#### D. Calculation of the Classical Cubic and Hysteretic Nonlinear Parameters $\delta$ and $\alpha$ from TOFM Measurements

The TOF variations due to the sample are proportional to the sample elastic modulus variations  $dK_{\text{sample}}$ :

$$\text{TOFM}_{\text{sample}} = -\frac{L_{\text{sample}}}{2\rho_{\text{sample}} c_{\text{sample}}^3} dK_{\text{sample}}. \quad (4)$$

The nonlinear, elastic modulus in solids, including hysteretic quadratic nonlinearity, is generally expressed as follows [12], [28]:

$$K = K_0 \left[ 1 - \beta \epsilon_{\text{LF}} - \delta \epsilon_{\text{LF}}^2 - \alpha (\Delta \epsilon_{\text{LF}} + \epsilon_{\text{LF}} \text{sign}(\dot{\epsilon}_{\text{LF}})) \right], \quad (5)$$

where  $K_0$ ,  $\epsilon_{\text{LF}}$ ,  $\dot{\epsilon}_{\text{LF}}$ ,  $\delta$ ,  $\alpha$ , and  $\Delta \epsilon_{\text{LF}}$  are the linear elastic modulus, the LF strain, the first time-derivative of the LF strain, the classical cubic, nonlinear parameter, the hysteretic (or nonclassical) nonlinear parameter, and the maximum strain excursion, respectively. Because the LF excitation amplitude is controlled by the pressure, (5) is developed as a function of the LF pressure, with  $p = -K_0 \epsilon$  and  $\Delta p = K_0 \Delta \epsilon$  [29] as follows:

$$K = K_0 + \beta p_{\text{LF}} - \delta \frac{p_{\text{LF}}^2}{K_0} - \alpha (\Delta p_{\text{LF}} + p_{\text{LF}} \text{sign}(\dot{p}_{\text{LF}})), \quad (6)$$

where  $\dot{p}_{\text{LF}}$  is the first time-derivative of the LF pressure.

Using (4) and (6), the TOFM can be related to the nonlinear parameters:

$$\text{TOFM}_{\text{sample}} = -\frac{L_{\text{sample}}}{2\rho_{\text{sample}} c_{\text{sample}}^3} \times \left( \beta p_{\text{LF}} - \delta \frac{p_{\text{LF}}^2}{K_0} - \alpha (\Delta p_{\text{LF}} + p_{\text{LF}} \text{sign}(\dot{p}_{\text{LF}})) \right). \quad (7)$$

Assuming a sinusoidal LF perturbation with amplitude  $P_0$  ( $p_{\text{LF}} = P_0 \cos(\omega_{\text{LF}} t)$ ),  $\Delta p_{\text{LF}} = P_0$  and the Fourier development of the nonclassical nonlinear term is given by:

$$\alpha (P_0 + p_{\text{LF}} \text{sign}(\dot{p}_{\text{LF}})) = \alpha \left[ P_0 + \sum_{n=1}^{\infty} \frac{P_0}{\pi} \left( \frac{1}{n+1/2} + \frac{1}{n-1/2} \right) \sin(2n\omega_{\text{LF}} t) \right]. \quad (8)$$

Consequently this nonclassical, nonlinear term gives rise to a constant term and terms at even harmonics of the fundamental modulation frequency whose amplitudes are proportional to  $\alpha$ .

Thus the amplitudes of the constant, first, second, and fourth orders TOFM are related to the nonlinear parameters by the following relations:

$$A_{\text{constant}} = \frac{L_{\text{sample}}}{2\rho_{\text{sample}} c_{\text{sample}}^3} \left( \alpha P_0 + \frac{\delta}{2K_0} P_0^2 \right), \quad (9)$$

$$A_{f_{\text{LF}}} = \frac{L_{\text{sample}}}{2\rho_{\text{sample}} c_{\text{sample}}^3} \beta P_0, \quad (10)$$

$$A_{2f_{\text{LF}}} = \frac{L_{\text{sample}}}{2\rho_{\text{sample}} c_{\text{sample}}^3} \left( P_0^2 \left( \frac{8}{3\pi} \alpha \right)^2 + P_0^4 \left( \frac{\delta}{2K_0} \right)^2 \right)^{1/2}, \quad (11)$$

$$A_{4f_{\text{LF}}} = \frac{L_{\text{sample}}}{2\rho_{\text{sample}} c_{\text{sample}}^3} \left( \frac{16}{15\pi} \alpha P_0 \right). \quad (12)$$

It can be noticed that the first and fourth orders TOFM amplitudes,  $A_{f_{\text{LF}}}$  and  $A_{4f_{\text{LF}}}$ , depend on one nonlinear parameter ( $\beta$  and  $\alpha$ , respectively), whereas the constant and second order TOFM amplitudes,  $A_{\text{constant}}$  and  $A_{2f_{\text{LF}}}$ , depend on the two nonlinear parameters  $\delta$  and  $\alpha$ .

#### E. Protocol for TOFM Calculation and the Nonlinear Coefficient $\beta$ from Measurements

For each level of LF pressure, the following steps are performed to calculate the TOFM:

1. Data acquisition: HF bursts are digitized using a sampling frequency of 10 MHz over 20 to 60 LF periods. This acquisition frame is surrounded by a few milliseconds without any LF perturbation (Fig. 5). This allows one to have the zero level TOFM and check that the calculated TOFM is only noise before and after the LF burst. This whole sequence is averaged over 20 data acquisitions before the treatment.
2. Crosscorrelation: The first HF burst (not perturbed by the LF burst) is cross-correlated with all the following



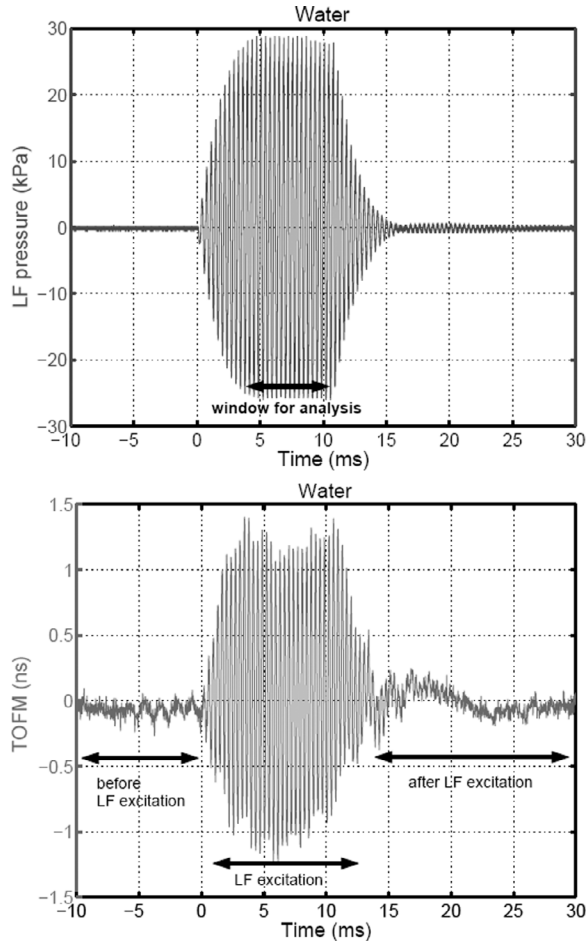


Fig. 5. LF pressure measured with a hydrophone as a function of time (top) and TOFM as a function of time (bottom) in water, with no sample.

ones. The maxima of these cross-correlation functions provide the TOF variations (TOFM as a function of time). These TOF variations are more accurately estimated using the three-points parabolic interpolation [30]. The precision is then improved almost 1000 times (0.1 ns) compared to the sampling period (100 ns).

3. Frequency analysis: The fast Fourier transform spectrum (as presented on Fig. 6) provides the averaged amplitudes of the fundamental (2.8 kHz) and harmonics frequencies of the TOFM signal over a time-window defined by a well-established LF pressure amplitude. The same process is applied for the LF pressure.

No filtering is performed, neither on the rough data nor on the calculated TOFM signal.

Following the previously described protocol, amplitudes of the constant, the first and second orders of the TOFM are represented as functions of the LF pressure amplitude at the fundamental frequency 2.8 kHz. The first derivative of the first order TOFM amplitude as a function of the LF pressure amplitude (slope of the curve) is substituted to  $\partial\text{TOFM}/\partial p_{\text{LF}}$  in (3) to assess the nonlinear parameter  $\beta$ .

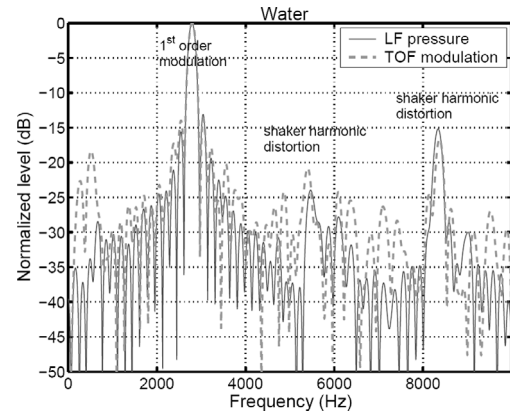


Fig. 6. TOFM and LF pressure amplitude spectra in water at high LF pressure amplitude (40 kPa).

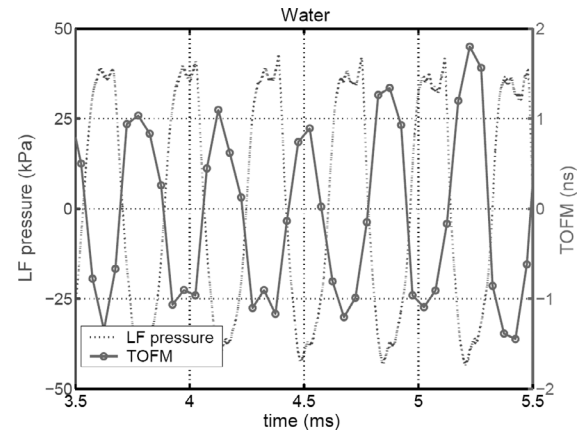


Fig. 7. TOFM profile in water. Each point of the TOFM curve corresponds to the measurement of a HF burst TOF.

### III. APPLICATION TO MATERIALS WITH CLASSICAL, NONLINEAR ELASTICITY

The method was first validated in water. Fig. 5 shows that the TOF is almost constant before and after the LF burst. During the LF acoustic perturbation, the HF bursts TOF is modulated. The Fourier analysis, used to measure LF pressure and TOFM amplitudes, is processed when the LF pressure amplitude is well-established (Fig. 5). As expected, the TOFM is out of phase with the LF pressure (Fig. 7): when the LF acoustic pressure is positive, the medium propagation velocity increases (Fig. 3), thus the TOF decreases and the TOFM is negative.

Fig. 6 represents the amplitude spectra of the TOFM and the LF pressure in the window of analysis, from which the TOFM and LF pressure amplitudes are measured. The TOF signal-to-noise ratio is around 30 dB (Fig. 6). For a TOFM amplitude of 1 ns, this corresponds to a noise level around 0.1 ns (i.e.,  $10^{-4}$  rad at 1 MHz). Fig. 8 shows this TOFM noise measured in water without LF perturbation. The harmonic distortion due to the LF source observed in Fig. 7 generates harmonics in the LF pressure amplitude spectrum, which also are measured in the TOFM amplitude spectrum (Fig. 6).

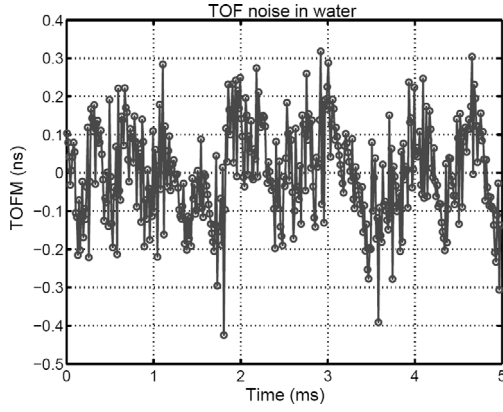


Fig. 8. TOF noise in water (without LF perturbation).

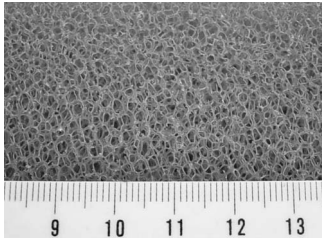


Fig. 9. Polyester foam sample (unit in centimeters).

The method also was tested with slices of PMMA and polyester foam (Fig. 9) of 24-mm thickness, equal to the thickness of the bone sample used in this study. The polyester foam has a connected and high porosity (98%). Its architecture is quite close to trabecular bone architecture.

Fig. 10 represents the TOFM measurements obtained in water, PMMA, and polyester foam. The TOFM amplitude as a function of the LF pressure amplitude is linear for the three media. The measured mean value of the nonlinear parameter  $\beta$  in water was 4.9 (5 in distilled water at 20°C in literature) with a good reproducibility (1%).

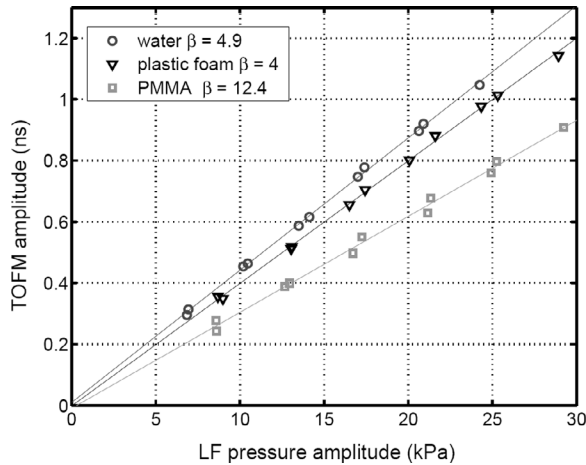


Fig. 10. TOFM as a function of the LF pressure amplitude in classical, nonlinear materials.

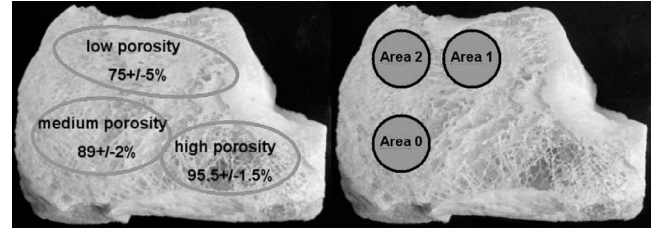


Fig. 11. Trabecular bone sample (6 cm width, 4 cm height and 2.4 cm thickness). The values of porosity are extracted from a study of Rupprecht *et al.* [27]. The three probed areas are marked on the right picture and are approximately 15 mm diameter.

The experimental setup is able to measure TOF variations smaller than 1 ns in water that correspond to propagation velocity changes lower than  $5 \cdot 10^{-2}$  m/s. We measured a  $\beta$  mean value of 12.4 for PMMA (10 to 15 in literature) with a lower reproducibility (8%) than in water. For the polyester foam considered as an effective medium,  $\beta$  was evaluated around 4. In homogeneous solids, acoustic velocities are much lower and propagation velocities higher than in fluids. Thus, for a given LF pressure amplitude, the measured TOFM amplitude is lower when the PMMA and the polyester foam samples are inserted.

It can be shown that the cubic, nonlinear parameter  $\delta$  has the order of magnitude of  $\beta^2$  in water [31]. This means that the second order TOFM is 80 dB below the first order TOFM. Because the TOFM noise level is around 0.1 ns in water, we are not able to measure the classical, cubic nonlinearity in water with a maximum pressure amplitude of 50 kPa. Thus, the experimental setup could not be validated for classical, cubic nonlinearity.

#### IV. FREQUENCY-DOMAIN MEASUREMENT OF NONLINEAR PARAMETERS IN TRABECULAR BONE

The bone sample we studied is a human heel bone whose lateral faces were sliced to get two parallel interfaces (see Fig. 11). The marrow was removed, and the bone was saturated with water.

A maximum LF pressure amplitude of 50 kPa is applied in the fluid phase (water) of the bone sample. This corresponds to a maximum apparent strain of  $5 \cdot 10^{-5}$ , assuming a classical tension-compression, uniaxial testing and considering common average trabecular structure elastic modulus value around 1 GPa. Now assuming that the bone sample is under variable ambient pressure and considering common bone tissue elastic modulus values between 10 and 20 GPa, the maximum strain in the solid phase is  $5 \cdot 10^{-6}$ . At such small strains, tissue-level strains are close to the apparent strain, and no damage is induced [22].

One low-density region (area 0,  $89 \pm 2\%$  porosity) and two high-density regions (areas 1 and 2,  $75 \pm 5\%$  porosity) have been investigated (Fig. 11).

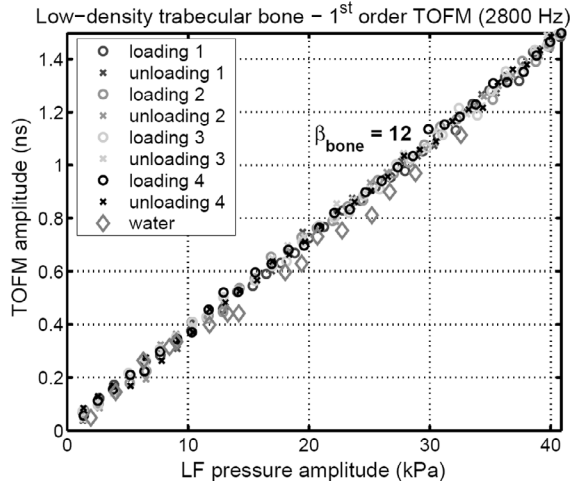


Fig. 12. First order TOFM amplitude as a function of the LF pressure amplitude in the low-density trabecular bone region.

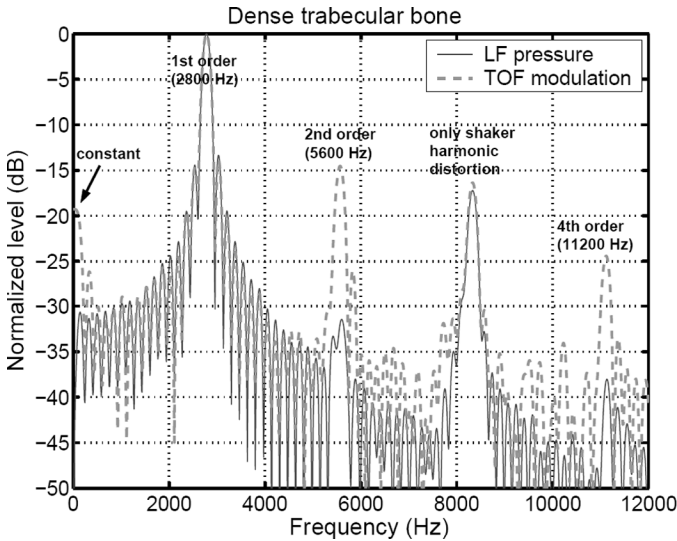


Fig. 13. TOFM and LF pressure amplitude spectra in dense trabecular bone at high LF pressure amplitude (40 kPa).

#### A. Results in Low-Density Trabecular Bone Region

In the low-density area (area 0), the first order TOFM amplitude behaves as a linear function of the LF pressure amplitude (Fig. 12). The measured TOFM amplitude is very close to the one in water and polyester foam, the corresponding parameter  $\beta$  is 12. The constant and second order TOFM was too weak to be measured.

#### B. Results in High-Density Trabecular Bone Region

Dense trabecular bone areas (areas 1 and 2) exhibit more complex behaviors. The TOFM amplitude spectrum shows a constant term and components at even harmonics of the fundamental frequency (Fig. 13).

When the LF pressure amplitude increases, the TOFM amplitude at the fundamental frequency 2.8 kHz increases as a nonlinear function of the LF pressure amplitude

(Fig. 14). This means that the nonlinear parameter  $\beta$  is not a constant, but increases with the LF pressure amplitude: 72 (at 10 kPa) and 286 (at 40 kPa) in area 1, 140 (at 10 kPa) and 374 (at 40 kPa) in area 2 (Fig. 14). The constant and the second order TOFM amplitudes also increase with the LF pressure amplitude (Fig. 14).

The LF source generates a second harmonic level 25–30 dB below the fundamental (2.8 kHz). Considering (7), this is clear that the term proportional to  $\beta$  transfers all the components of the LF pressure spectrum (due to LF source harmonic distortion) in the TOFM spectrum. Nonetheless, the amplitude of the second order TOFM is much higher than the contribution due to the LF source harmonic distortion, probably due to cubic and/or hysteretic quadratic nonlinearity. However, we concentrate in this manuscript on the first order TOFM measurement and the associated assessment of the classical, quadratic, nonlinear parameter  $\beta$ .

Good reproducibility of the constant, first and second orders TOFM measurements is obtained during four consecutive loading cycles (Fig. 14). A loading cycle is a run of measurements with the LF burst amplitude successively increased and decreased. An hysteretic behavior during the first LF loading cycle can be observed (Fig. 14), but no hysteresis is observed in the following loading cycles. This phenomenon might be due to interstitial fluid movements in the vascular canals of the bone solid phase, similar to effects observed by Gist [32] in measurements of the propagation velocity as a function of the static pressure in sandstones. A dedicated protocol should be performed to estimate the delay (if any) required to observe the hysteresis again.

The dependence of the level of nonlinearity on the apparent density of the probed bone region is consistent with experimental results [21] and analytical studies [33] (see Section V). Our estimations of  $\beta$  in dense trabecular bone (72–374) are in agreement with Donskoy and Sutin's [17] findings (160–240) in bovine trabecular bone with marrow. Bovine trabecular bone density is indeed close to dense human trabecular bone density. In human cortical femur,  $\alpha$  was found in the range 19–1065 using nonlinear resonant ultrasound spectroscopy [19].

Assuming these values for our trabecular bone sample, this corresponds to constant and second order TOFM amplitudes from 1 to 30 ns. Nevertheless, we did not concentrate on the extraction of the parameter  $\alpha$  from the constant and the second order TOFM measurements.

The samples' characteristics and the measurements of the linear and nonlinear parameters are summarized in Table I.

Despite the low accuracy (see Table I) in the calculation of the nonlinear parameter, TOFM is a more sensitive measurement than ultrasonic propagation velocity and attenuation. TOFM amplitudes in high-density bone regions are one order of magnitude higher than in the low-density regions, and the ultrasonic propagation velocity and the attenuation (BUA) exhibit variations of 5% and 100%, respectively.

TABLE I  
SUMMARIZED LINEAR AND NONLINEAR RESULTS.

	Porosity (%)	Density (kg/m <sup>3</sup> )	Propagation velocity (m/s)	BUA (dB/MHz/cm)	$\beta$ (10 kPa)	$\beta$ (40 kPa)
water		1000	1495		5	5
PMMA		1180	2700	2	12.4	12.4
polyester foam	98	1006	1506	0,4	4	4
low-density bone	89 ± 2	1100 ± 18	1708	22	12 ± 13%	12 ± 13%
high-density bone (area 1)	75 ± 5	1225 ± 45	1791	43	72 ± 15%	286 ± 15%
high-density bone (area 2)	75 ± 5	1225 ± 45	1740	27	140 ± 15%	374 ± 15%

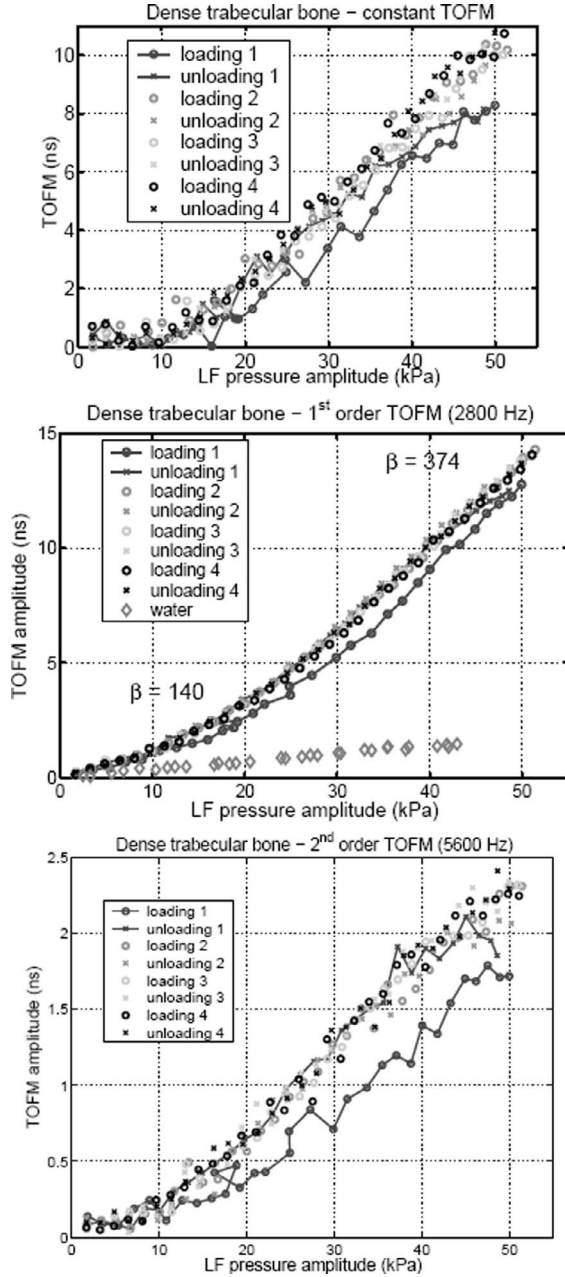


Fig. 14. Constant (top), first order (middle), and second order (bottom) TOFM amplitudes measured in dense trabecular bone (area 2) as functions of the fundamental LF pressure amplitude. The non-linear parameter  $\beta$  was calculated for 10 kPa and 40 kPa. Small hysteresis is present during the first loading cycle.

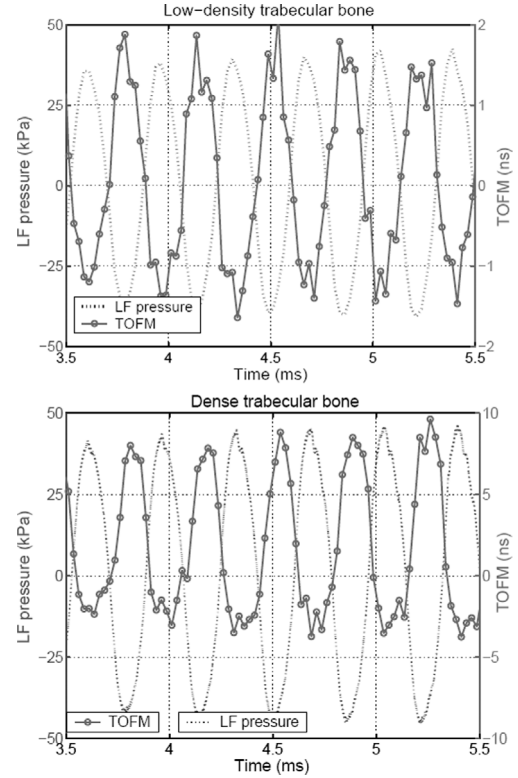


Fig. 15. Instantaneous TOFM (solid line) and instantaneous LF pressure (dashed line) as functions of time in low-density trabecular bone (top) and in dense (area 1) trabecular bone (bottom).

## V. TIME-DOMAIN ANALYSIS: BIOMECHANICAL TESTING USING LF ACOUSTO-ELASTICITY

The TOFM technique, using a sinusoidal LF pressure, allows one to approach the experiment as a dynamic, biomechanical testing. We measured indeed the instantaneous elastic modulus variations (using the TOFM) as a function of the instantaneous LF pressure variations. The sinusoidal LF pressure acts as a classical tension-compression mechanical testing. Fig. 15 presents the TOFM and the LF pressure as functions of time in low-density and high-density trabecular bone regions.

Contrary to the low-density bone region, TOFM in high-density areas is asymmetric, i.e., elastic modulus variations are larger in tension than in compression. It also is possible to observe the instantaneous TOFM as a function

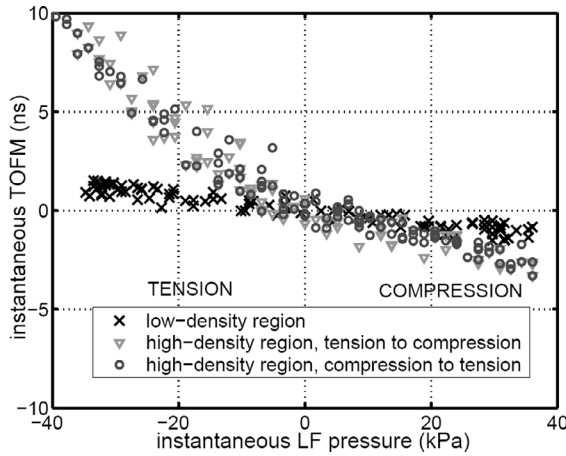


Fig. 16. Instantaneous TOFM as a function of the instantaneous LF pressure for low-density and high-density regions of the same bone sample.

of the instantaneous LF pressure (Fig. 16). This representation characterizes the “nonlinear biomechanical signature at very small strains” of a trabecular bone region. Both high-density and low-density bone regions TOFM are plotted on Fig. 16. These findings are in agreement with biomechanical experimental results. Morgan *et al.* [21] conducted tension and compression testings on trabecular bone at small strains. They measured a significant reduction in the elastic modulus, higher in tension ( $13.8 \pm 4.79\%$  of the initial modulus at 0.2% strain) than in compression ( $9.07 \pm 3.24\%$  of the initial modulus at 0.2% strain); 1 ns amplitude TOFM corresponds to a relative variation of the trabecular bone elastic modulus of  $6.10^{-3}\%$ . We measured TOFM amplitudes up to 15 ns in dense bone regions that correspond to relative elastic modulus variations of  $9.10^{-2}\%$ . These variations are between two and three orders of magnitude lower than those measured by Morgan *et al.* [21], but the generated strains are also two or three orders of magnitude lower (around  $10^{-6}$  in our experiment). Using both a honeycomb and an open-cell foam analytical model, Ford and Gibson [33] demonstrated that a higher yield strength in compression than in tension for the cell material was necessary to observe porosity-dependent asymmetry in the yield strength of the whole structure. Moreover, theoretical model and experiments on damaged solids performed by Lyakhovsky *et al.* [34] showed an abrupt jump in the elastic modulus when the sense of stress reverses from uniaxial tension to uniaxial compression, as well as higher elastic modulus variations in tension than in compression.

## VI. DISCUSSION

The instantaneous representation of TOFM as a function of the instantaneous LF pressure (Section V, Fig. 16) allows one to distinguish between the nonlinear behaviors in tension and in compression, but the frequency-domain approach (Section IV, Fig. 14) provides an averaged mea-

surement over a tension-compression period. Thus, an accurate analysis of this time-domain approach should provide rich information about acoustical nonlinearity.

In the low-density area, the instantaneous TOFM exhibits a linear trend as a function of instantaneous LF pressure, with the same slope (related to the nonlinear parameter  $\beta$ ) in tension and in compression, like in water and PMMA. On the contrary, in dense trabecular bone areas, the instantaneous TOFM function is no more linear and is higher in tension than in compression. This instantaneous TOFM pattern (Fig. 16) could be fitted using a modified version of the previously proposed model (7), using a parameter  $\beta$  whose value is conditioned by the sign of the LF pressure [34], instead of using a high-cubic, nonlinear parameter ( $\delta \approx 10^6 - 10^7$ ).

Regarding previous work in damaged rocks [34] and fiber-reinforced composite [35], the different nonlinear behaviors in tension and in compression for dense areas may be due to the presence of microdamage in the solid phase (microcracks or fractured trabeculae). As proposed just above, setting a higher parameter  $\beta$  in tension than in compression is related to nearly closed cracks at ambient pressure (observed in histology). Consequently, the elastic modulus variations (or TOFM) are higher in tension than in compression.

Moreover, in dense trabecular bone areas, the instantaneous TOFM curve as a function of instantaneous LF pressure exhibits a different pattern for a low or a high LF pressure excursion (peak-peak LF pressure). We observed indeed that the mean slope (related to the nonlinear parameter  $\beta$ ) of these patterns increases with this LF pressure excursion. That is why, in the frequency-domain approach, the first order TOFM amplitude as a function of LF pressure amplitude is nonlinear with a power-law closed to 3/2 (Fig. 14). The variation of the classical, nonlinear parameters with the LF pressure excursion is characteristic of hysteretic nonlinearity, as observed in rocks [36], [37]. In dense trabecular bone, the nonlinear parameter  $\beta$  increases with the LF pressure excursion. The proposed model (7) is not able to explain these particular experimental findings. Consequently, either the equation of state used in this study is not suitable or a more complex analysis of our experimental configuration is needed. In particular, we neglected the possible mutual interaction between the short HF excitation and the “quasistatic” LF excitation [36], [38]. Such as in rocks, the equation of state of dense trabecular bone certainly needs a more complex model. Particularly, the Preisach-Mayergoyz space (PM space) model has been successfully applied to rocks [36] and could be used for dense trabecular bone.

Assuming that the crack density is homogeneous in the solid phase, the more the bone area is porous, the less the HF wave interacts with microcracks. This may explain the TOFM amplitude differences (an order of magnitude) between high-density and low-density areas. Consequently, the measured level of nonlinearity depends on both the porosity and the level of microdamage. Nonetheless, coupled to ultrasound attenuation and propagation velocity

measurements or to bone mineral density (BMD) X-ray measurements, the assessment of the level of microdamage may be possible.

## VII. CONCLUSIONS

We developed an experimental method able to measure the classical, nonlinear parameter  $\beta$ , and assess higher order nonlinear influences, including hysteresis, in trabecular bone using a TOFM technique. The TOFM measurement allows one to follow the elastic modulus variations of the trabecular structure under LF "quasistatic" loading. Instantaneous elastic modulus variations (derived from the TOFM) can be observed as a function of the instantaneous LF pressure during tension-compression loading-unloading cycles. Dense trabecular bone areas exhibit high elastic modulus variations (high  $\beta$ ) and tension-compression asymmetry. Microdamage in the bone tissue is suspected to be responsible for this nonlinear elasticity. However, deeper theoretical and experimental analysis have to be done to relate the level of microdamage (crack density) to the TOFM measurements. Moreover a two-dimensional imaging setup will be developed to scan the nonlinearity on a whole bone. Parametric images of nonlinear parameters will be compared to X-ray, ultrasonic propagation velocity, and attenuation images and crack density will be evaluated by histomorphometric observations. The influence of the relative orientation between the trabeculae principal alignment and the LF loading direction needs to be further investigated. The TOFM technique should be of great interest for biomechanical trabecular bone assessment.

## ACKNOWLEDGMENT

The authors thank N. Senegond, J.-Y. Tartu and D. Carre for their contributions, and K. E. A. Van Den Abeele, M. Bentahar, P. Johnson, A. Sutin and V. Gusev for helpful discussions.

## REFERENCES

- [1] H. Bayraktar, E. Morgan, G. Niebur, G. Morris, E. Wong, and T. Keaveny, "Comparison of the elastic and yield properties of human femoral trabecular and cortical bone tissue," *J. Biomechanics*, vol. 37, no. 1, pp. 27–35, 2004.
- [2] P. Ammann and R. Rizzoli, "Bone strength and its determinants," *Osteoporos. Int.*, vol. 14, Suppl. 3, pp. 13–18, 2003.
- [3] M. Schaffler and K. Jepsen, "Fatigue and repair in bone," *Int. J. Fatigue*, vol. 22, no. 10, pp. 839–846, 2000.
- [4] S. Mori, R. Harruff, W. Ambrosius, and D. Burr, "Trabecular bone volume and microdamage accumulation in the femoral heads of women with and without femoral neck fractures," *Bone*, vol. 21, no. 6, pp. 521–526, 1997.
- [5] P. Zioupos, "Ageing human bone: Factors affecting its biomechanical properties and the role of collagen," *J. Biomater. Appl.*, vol. 15, no. 3, pp. 187–229, 2001.
- [6] O. Sobelman, J. Gibeling, S. Stover, S. Hazelwood, O. Yeh, D. Shelton, and R. Martin, "Do microcracks decrease or increase fatigue resistance in cortical bone?," *J. Biomech.*, vol. 37, no. 9, pp. 1295–1303, 2004.
- [7] P. Zioupos, "Accumulation of in-vivo fatigue microdamage and its relation to biomechanical properties in ageing human cortical bone," *J. Microscopy*, vol. 201, no. 2, pp. 270–278, 2001.
- [8] M. Gomez, M. Defontaine, B. Giraudeau, E. Camus, L. Colin, P. Laugier, and F. Patat, "In vivo performance of a matrix-based quantitative ultrasound imaging device dedicated to calcaneus investigation," *Ultrasound Med. Biol.*, vol. 28, no. 10, pp. 1285–1293, 2002.
- [9] P. Nicholson and M. Bouxsein, "Quantitative ultrasound does not reflect mechanically induced damage in human cancellous bone," *J. Bone Miner. Res.*, vol. 15, no. 12, pp. 2467–2472, 2000.
- [10] R. Guyer and P. Johnson, "Nonlinear mesoscopic elasticity: Evidence for a new class of materials," *Phys. Today*, vol. 52, pp. 30–35, 1999.
- [11] V. Zaitsev, V. Nazarov, V. Gusev, and B. Castagnede, "Novel nonlinear-modulation acoustic technique for crack detection," *NDT & E Int.*, vol. 39, pp. 184–194, 2006.
- [12] K. E.-A. Van Den Abeele, A. Sutin, J. Carmeliet, and P. Johnson, "Micro-damage diagnostics using nonlinear elastic wave spectroscopy," *NDT & E Int.*, vol. 34, no. 4, pp. 239–248, 2001.
- [13] V. Aleshin and K. Van Den Abeele, "Microcontact-based theory for acoustics in microdamaged materials," *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 55, no. 2, pp. 366–390, 2007.
- [14] R. O'Connell and B. Budiansky, "Seismic velocities in dry and saturated cracked solids," *J. Geophys. Res.*, vol. 79, pp. 5412–5426, 1974.
- [15] V. E. Nazarov and A. M. Sutin, "Nonlinear elastic constants of solids with cracks," *J. Acoust. Soc. Amer.*, vol. 102, pp. 3349–3354, 1997.
- [16] Y. Hamiel, O. Katz, V. Lyakhovsky, Z. Reches, and Y. Fialko, "Stable and unstable damage evolution in rocks with implications to fracturing of granite," *Geophys. J. Int.*, vol. 167, pp. 1005–1016, 2006.
- [17] D. Donskoy and A. Sutin, "Nonlinear acoustic parameter of trabecular bone," *J. Acoust. Soc. Amer.*, vol. 102, no. 5, p. 3155, 1997.
- [18] M. Muller, A. Sutin, R. Guyer, M. Talmant, P. Laugier, and P. Johnson, "Nonlinear resonant ultrasound spectroscopy (NRUS) applied to damage assessment in bone," *J. Acoust. Soc. Amer.*, vol. 118, no. 6, pp. 3946–3952, 2005.
- [19] M. Muller, "Cortical bone assessment using linear and non linear acoustics: Application to bone micro damage assessment," Ph.D. dissertation, University Paris VIII, 2006. (in French)
- [20] G. Niebur, M. Feldstein, J. Yuen, T. Chen, and T. Keaveny, "High-resolution finite element models with tissue strength asymmetry accurately predict failure of trabecular bone," *J. Biomech.*, vol. 33, no. 12, pp. 1575–1583, 2000.
- [21] E. F. Morgan, O. C. Yeh, W. C. Chang, and T. M. Keaveny, "Nonlinear behavior of trabecular bone at small strains," *J. Biomech. Eng.*, vol. 123, pp. 1–9, 2001.
- [22] E. F. Morgan, O. C. Yeh, and T. M. Keaveny, "Damage in trabecular bone at small strains," *Eur. J. Morphol.*, vol. 42, no. 1–2, pp. 13–21, 2005.
- [23] C. Mercer, M. He, R. Wang, and A. Evans, "Mechanisms governing the inelastic deformation of cortical bone and application to trabecular bone," *Acta Biomater.*, vol. 2, no. 1, pp. 59–68, 2006.
- [24] N. Ichida, T. Sato, and M. Linzer, "Imaging the nonlinear parameter of the medium," *Ultrason. Imag.*, vol. 5, pp. 295–299, 1983.
- [25] R. Beyer, "Parameter of nonlinearity in fluids," *J. Acoust. Soc. Amer.*, vol. 32, no. 6, pp. 719–721, 1960.
- [26] V. Zverev and A. Kalachev, "Modulation of sound by sound in the interaction of sound waves," *Sov. Phys. Acoust.*, vol. 16, no. 2, pp. 204–208, 1970.
- [27] M. Rupprecht, P. Pogoda, M. Mumme, J. Rueger, K. Püschel, and M. Amling, "Bone microarchitecture of the calcaneus and its changes in aging: A histomorphometric analysis of 60 human specimens," *J. Orthop. Res.*, vol. 24, no. 4, pp. 664–674, 2006.
- [28] V. Gusev, W. Lauriks, and J. Thoen, "Dispersion of nonlinearity, nonlinear dispersion, and absorption of sound in microinhomogeneous materials," *J. Acoust. Soc. Amer.*, vol. 103, no. 6, pp. 3216–3226, 1998.

- [29] K.-A. Van Den Abeele, P. Johnson, R. Guyer, and K. McCall, "On the quasi-analytic treatment of hysteretic nonlinear response in elastic wave propagation," *J. Acoust. Soc. Amer.*, vol. 101, pp. 1885–1898, 1997.
- [30] I. Céspedes, Y. Huang, J. Ophir, and S. Spratt, "Methods for estimation of subsample time delays of digitized echo signals," *Ultrason. Imag.*, vol. 17, pp. 142–171, 1995.
- [31] A. Coppens, R. Beyer, M. Seiden, J. Donohue, F. Guepin, R. Hodson, and C. Townsend, "Parameter of nonlinearity in fluids. II," *J. Acoust. Soc. Amer.*, vol. 38, pp. 797–804, 1965.
- [32] G. Gist, "Fluid effects on velocity and attenuation in sandstones," *J. Acoust. Soc. Amer.*, vol. 96, pp. 1158–1173, 1994.
- [33] C. Ford and L. Gibson, "Uniaxial strength asymmetry in cellular materials: An analytical model," *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 40, no. 6, pp. 521–531, 1998.
- [34] V. Lyakhovsky, Z. Reches, R. Weinberger, and T. Scott, "Nonlinear elastic behavior of damaged rocks," *Geophys. J. Int.*, vol. 130, pp. 157–166, 1997.
- [35] R. Haj-Ali and H. Kilic, "Nonlinear behavior of pultruded FRP composites," *Compos. Part B: Engin.*, vol. 33, no. 3, pp. 173–191, 2002.
- [36] K. McCall and R. Guyer, "Equation of state and wave propagation in hysteretic nonlinear elastic materials," *J. Geophys. Res.*, vol. 99, no. 12, pp. 23887–23897, 1994.
- [37] K.-A. Van Den Abeele and P. Johnson, "Elastic pulsed wave propagation in media with second- or higher-order nonlinearity. Part II. Simulation of experimental measurements on Berea sandstone," *J. Acoust. Soc. Amer.*, vol. 99, no. 6, pp. 3346–3352, 1996.
- [38] V. Zaitsev, V. Gusev, and Y. Zaytsev, "Mutually induced variations in dissipation and elasticity for oscillations in hysteretic materials: Non-simplex interaction regimes," *Ultrasonics*, vol. 43, pp. 699–709, 2005.

**Guillaume Renaud** was born in 1981 in Orléans, France. He received the research Master degree in physical acoustics from the University of Le Mans, France, in 2005. To receive the Ph.D. degree, he is currently working on the measurement of trabecular bone acoustic nonlinearity.

**Samuel Callé** was born in 1977 in Chartres, France. In 2003, he received the Ph.D. degree in physics (acoustics) from the University of Tours, France, for his work on ultrasound elastography. In 2005, he became an assistant professor in telecommunication systems at the University of Tours (Institut of Technology of Blois, France).

His current research interests include nonlinear acoustics applied to medical imaging and NDT, and wave propagation in complex media.

**Jean-Pierre Remenieras** was born in 1965 in Choisy le Roi, France. In 1994, he received the Ph.D. degree in acoustics physics from the University of Paris 6 (Pierre and Marie Curie), France, for his work on nonlinear interactions between acoustics waves.

In 2003, he received the research supervisor habilitation for his research on elastography, nonlinear acoustics and blood flow measurements. His current research interests include acoustics applied to medical imaging and transient elastography.

**Marielle Defontaine** was born in Arras, France, on December 8, 1964. She was graduated in biomedical engineering in 1989 from the Université Technologique de Compiègne, France. She received a Ph.D. degree in the same field, in 1995 in Tours University, France.

She is currently working in the Laboratoire d'Ultrasons signaux et instrumentation, LUSI CNRS FRE2448, Tours-France, in the ultrasound research domain for medical applications. Particularly she participated to the development of ultrasound arrays techniques for bone and tendon ultrasound quantitative characterization.



## Résumé :

Les causes et conséquences sur la résistance osseuse d'une accumulation d'endommagement osseux sont mal connues et il n'existe pas aujourd'hui de méthode non invasive de quantification de l'endommagement osseux.

Une méthode de mesure acoustique, localisée et sans contact, basée sur l'interaction non linéaire (NL) d'une onde acoustique basse-fréquence avec des impulsions ultrasonores (US) a été développée. Le milieu est sondé à différents états de contrainte, en compression et traction. Les variations du temps de vol et de l'énergie) US rendent compte des effets NL acoustiques respectivement élastiques et dissipatifs qui augmentent avec le niveau d'endommagement.

La technique a montré une bonne sensibilité à la présence de fissures et de contacts entre grains. L'os trabéculaire faiblement poreux du calcanéum peut produire de forts effets NL. Pour des échantillons endommagés *in vitro*, l'amplitude des non-linéarités acoustiques s'accorde avec le niveau d'endommagement observé au microscope.

## Mots clés :

Acoustique non linéaire, interaction d'ondes acoustiques, acoustoélasticité, évaluation non destructive, contrôle non destructif, biomécanique osseuse, résistance osseuse, endommagement

## Abstract :

The causes and consequences on bone strength of a microdamage accumulation are badly understood and no technique is available for noninvasive assessment of bone damage *in vivo*.

An acoustical method was developed for localized and non-contact measurement of elastic and dissipative nonlinearities, based on the interaction between a low-frequency acoustic pump wave and ultrasound probing pulses. The medium is probed in different states of tensile and compressive stress. The ultrasound time of flight and energy modulations give access to nonlinear elasticity and dissipation, respectively. Acoustic nonlinearities generally increases with the level of damage in materials.

The technique showed a good sensitivity to the presence of cracks and contacts between grains. In calcaneal trabecular bone, the low-porosity region can exhibit high acoustic nonlinearities. For mechanically damaged bone samples, acoustic nonlinearities were well correlated with the level of damage observed by histology.

## Keywords :

Nonlinear acoustics, acoustic waves interaction, acoustoelasticity, nondestructive evaluation, nondestructive testing, bone biomechanics, bone strength, microdamage